Agilent 7000 シリーズ トリプル四重極 GC/MS

操作マニュアル

Agilent Technologies

注意

© Agilent Technologies, Inc. 2008, 2009

このマニュアルの内容は米国著作権法および国際著作権法によって保護されており、Agilent Technologies, Inc. の書面による事前の許可なく、このマニュアルの一部または全部をいかなる形態（電子データやデータの抽出または他国語への翻訳など）あるいはいかなる方法によっても複製することが禁止されています。

文書番号

G7000-96038

版

第 1 版、2009 年 9 月

Printed in USA

Agilent Technologies, Inc.
5301 Stevens Creek Boulevard
Santa Clara, CA 95052

保証

このマニュアルの内容は「現状のまま」提供されることを前提としており、将来の改訂版で予告なく変更されることがあります。また、Agilent は適用される法律によって最大限許される範囲において、このマニュアルおよびそれに含まれる情報に関し、商品の適格性や特定用途に対する適合性への暗黙の保障を含み、また、それに限定されないすべての保証を明示的か暗黙的かを問わず、一切いたしません。Agilent は、このマニュアルまたはこのマニュアルに記載されている情報の提供、使用または実行に関連して生じた過誤、付随的損害あるいは間接的損害に対する責任を一切負いません。Agilent とお客様の間に書面による別の契約があり、このマニュアルの内容に対する保証条項がここに記載されている条件と矛盾する場合は、別に合意された契約の保証条項が適用されます。

安全にご使用いただくために

注意

注意は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、製品を破損や重要なデータの損失にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、**注意**を無視して先に進んではなりません。

警告

警告は、取り扱い上、危険があることを示します。正しく実行しなかったり、指示を遵守しないと、人身への傷害または死亡にいたるおそれのある操作手順や行為に対する注意を促すマークです。指示された条件を十分に理解し、条件が満たされるまで、警告を無視して先に進んではなりません。

目次

実習 1　はじめに

使用する略語　10

7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS　12

トリプル四重極 GC/MS ハードウェアの説明　14

重要な安全上の警告　15

水素の安全性　17

安全および規制に関する認証　22

使用目的　25

製品のクリーニング / リサイクル　25

液体の流入　25

MS の移設と保管　25

実習 2　GC カラムを取り付ける

カラム　28

キャピラリカラムの取り付けを準備する　30

スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける　32

キャピラリカラムをコンディショニングする　34

GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには　35

実習 3　電子イオン化（EI）モードで操作する

データシステムから MS を操作する　40

LCP から MS をモニタリングする　40

LCP メニュー　42

EI GC/MS インターフェース　43

MS のスイッチを入れる前に 45

真空排気する 46

温度を制御する 46

カラム流量を制御する 47

コリジョンセル流量を制御する 47

MS を大気開放する 48

EI モードの高真空圧 49

MS の温度および真空状態のモニタを設定する 50

MS アナライザの温度を設定する 52

MassHunter ワークステーションから GC/MS インタ ーフェースの温度を設定する 54

カラムをキャリブレーションする 55

コリジョンセルガスをコンフィグレーションする 58

コリジョンセルガスの流量を設定する 59

EI モードで MS をオートチューニングする 60

左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする 62

MS を真空排気する 63

MS を大気開放する 66

CI イオン源から EI イオン源へ切り替える 68

MS を移設または保管する 70

GC からインターフェースの温度を設定する 72

メソッドを GC に保存する 73

実習 4　化学イオン化（CI）モードの操作

CI モードで操作するように MS を設定する 76

CI GC/MS インターフェイス 77

CI MS を操作する 79
CI モードの高真空圧 80
その他の試薬ガス 81
CI オートチューニング 83
フローコントロールモジュール 85
EI イオン源から CI イオン源へ切り替える 87
試薬ガスフローコントロールモジュールを操作する 89
試薬ガス流量を設定する 91
CI オートチューニングを操作する 92

実習 5 通常のメンテナンス

始める前に 96
真空システムをメンテナンスする 101
アナライザをメンテナンスする 102
フロントアナライザを開ける 104
EI イオン源を取り外す 107
標準 EI イオン源を分解する 110
EI エクストラクタイオン源を分解する 112
EI イオン源を洗浄する 114
標準 EI イオン源を組み立てる 118
EI エクストラクタイオン源を組み立てる 119
EI イオン源を取り付ける 121
CI イオン源を取り外す 123
CI イオン源を分解する 126
CI イオン源を洗浄する 128
CI イオン源を組み立てる 130

CI イオン源を取り付ける 132
CI インターフェースチップシールを取り付ける 134
フィラメントを取り外す 136
フィラメントを取り付ける 138
イオン源からサイドボードへの配線を取り付ける 139
フロントアナライザを閉める 143
左後ろカバーを取り外してリアアナライザにアクセスする 144
リアアナライザを開ける 146
EM ホーンを交換する 149
リアアナライザを閉じる 151

実習 A 化学イオン化理論

化学イオン化の概要 154
ポジティブ CI 理論 156
ネガティブ CI 理論 162

本マニュアルについて

本マニュアルには、Agilent 7000 シリーズトリプル四重極質量分析計（MS）システムの操作およびメンテナンスに関する情報が記載されています。

1 “ はじめに ”

第 1 章では、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素の安全上の情報など、7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS に関する一般的な情報を記載します。

2 “GC カラムを取り付ける ”

第 2 章では、MS で使用するキャピラリカラムの準備方法、GC オーブンの取り付け方法、および GC/MS インターフェースを使用した MS との接続方法について説明します。

3 “ 電子イオン化（EI）モードで操作する ”

第 3 章では、温度設定、圧力モニタ、チューニング、ベントおよび真空排気などの EI モードでの定期的な作業について説明します。

4 “ 化学イオン化（CI）モードの操作 ”

第 4 章では、CI モードで操作する必要のある追加タスクについて説明します。

5 “ 通常のメンテナンス ”

第 5 章では、7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS の一般的なメンテナンス手順について説明します。

ハードウェアユーザー情報

これで Agilent 機器のマニュアルが揃い、すぐ使用できます。

機器に同梱されているハードウェアユーザー情報の DVD からは、Agilent **7890A GC**、**7000 シリーズ MS**、**7693 ALS**、および **7683B ALS** の幅広いオンラインヘルプ、ビデオ、書籍を利用することができます。ここには、次のような、もっとも必要な情報のローカライズ版が含まれています。

- 初心者向けマニュアル
- 安全および規制に関するガイド
- サイトの準備チェックリスト
- 据付に関する情報
- 操作ガイド
- メンテナンス情報
- トラブルシューティング詳細

1 はじめに

使用する略語 10
7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS 12
トリプル四重極 GC/MS ハードウェアの説明 14
重要な安全上の警告 15
水素の安全性 17
安全および規制に関する認証 22
使用目的 25
製品のクリーニング / リサイクル 25
液体の流入 25
MS の移設と保管 25

このセクションでは、ハードウェアの説明、一般的な安全上の警告および水素の安全上の情報など、7000 シリーズのトリプル四重極ガスクロマトグラフ（GC）/ 質量分析計（MS）に関する一般的な情報について説明します。

使用する略語

本製品の説明では表 1 の略語を使用します。参照しやすいように以下にまとめています。

表 1 略語

略語	定義
AC	交流
ALS	オートサンプラ
BFB	ブロモフルオロベンゼン（キャリブラント）
CC	コリジョンセル
CI	化学イオン化
CID	衝突誘起解離
DC	直流
DFTPP	デカフルオロトリフェニルホスフィン（キャリブラント）
DIP	直接導入プローブ
EI	電子イオン化
EM	エレクトロンマルチプライア（検出器）
EMV	エレクトロンマルチプライア電圧
EPC	Electronic pneumatic control（エレクトロニックニューマティクスコントロール）
eV	エレクトロンボルト
GC	ガスクロマトグラフ
HED	High Energy Dynode（高エネルギーダイノード）（検出器とその電源を示す）
id	内径
LAN	ローカルエリアネットワーク
LCP	ローカルコントロールパネル
m/z	質量電荷比
MFC	Mass flow controller（マスフローコントローラ）

表 1 略語 （続き）

略語	定義
MRM	Multiple reaction monitoring（マルチプルリアクションモニタリング）
MS	質量分析計
MS1	フロント四重極
MS2	リア四重極
NCI	ネガティブ化学イオン化
OFN	オクタフルオロナフタレン（サンプル）
PCI	ポジティブ化学イオン化
PFDTD	パーフルオロ -5,8- ジメチル -3,6,9- トリオキシドデカン（キャリブラント）
PFTBA	パーフルオロトリブチルアミン（キャリブラント）
QQQ	トリプル四重極
Quad	四重極マスフィルタ
RF	無線周波数
RFPA	無線周波数電力増幅器
Torr	圧力単位 1 mm Hg（1.33322x100 kPa）
Turbo	スプリットフローターボ分子ポンプ

7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS

7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS はスタンドアロン型のキャピラリ GC 検出器で、Agilent7890A シリーズガスクロマトグラフと共に使用します。トリプル四重極 MS には次のような機能があります。

- スプリットフロー ターボ分子ポンプ
- ロータリー（フォアライン）ポンプ
- 独立したヒーターを持つイオン源
- 化学イオン化および電子イオン化モードが使用可能（PCI/NCI/EI）
- 独立したヒーターを持つ二つの双曲線状四重極マスフィルタ
- ヘキサポールコリジョンセル
- High Energy Dynode（HED）EM 検出器
- 独立したヒーターを持つ GC/MS インターフェース
- 独立したガス制御機能を持つコリジョンセル
- EI イオン源および HED の高感度電子機器のアップグレードが可能
- MS をその場で監視するローカルコントロールパネル（LCP）

外観説明

7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS は長方形のボックスの形状をしており、およそ、高さ 47 cm、幅 35 cm、奥行き 86 cm です。重量はターボポンプの筐体で 59 kg です。フォアライン（粗引き）ポンプを装着すると、さらに 11 kg 重くなります。

機器の基本コンポーネントは、フレーム / カバーの組立部品、真空システム、GC/MS インターフェース、イオン源、電子機器、コリジョンセル、検出器、および前後のアナライザです。

ローカルコントロールパネル

ローカルコントロールパネルでは MS 機器ステータスをその場で監視できます。

Micro イオンゲージコントローラ

7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS には、2 台のイオン真空ゲージが装備されています。MassHunter ワークステーションは真空マニフォールドとターボモレキュラー真空ポンプの真空度を確認できます。

このマニュアルでは、「CI MS」という用語は 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS の CI イオン源システムを指します。特に明記されない限り、これらの機器のフローモジュールにもあてはまります。

7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS の CI イオン源システムアップグレードキットで 7000 トリプル四重極 MS に追加されるものは以下のとおりです。

- EI/CI GC/MS インターフェース
- 高感度 EI イオン源
- CI イオン源およびインターフェースチップシール
- 試薬ガスフローコントロールモジュール
- 高感度電子機器付き HED
- PCI および NCI 操作用の二極式 HED 電源

メタン / イソブタンガス清浄器が搭載され、必須となっています。この清浄器は酸素、水、炭化水素、硫黄の化合物を除去します。

MS CI システムは、CI に必要な比較的高いイオン源圧力となる一方で、四重極および検出器で高真空を維持するように最適化されています。試薬ガスの流路に沿った特別なシールとイオン源のごく小さな開口部によって、イオン化室において試薬ガスと、適切な反応が起こるために十分な時間維持することができます。

CI インターフェイスには試薬ガス用に特別な配管があります。インターフェイスチップには絶縁シールのためのバネがついています。

CI と EI イオン源の切り換えにかかる作業時間は 1 時間未満ですが、試薬ガス配管のパージと、水分や他の汚染物質の除去には、さらに 1、2 時間は必要です。PCI から NCI に切り換えると、イオン源の冷却に約 2 時間が必要です。

トリプル四重極 GC/MS ハードウェアの説明

図 1 は、代表的な 7000 トリプル四重極 GC/MS システムの外観です。

図 1 7000 トリプル四重極 MS

重要な安全上の警告

MS を使用する際に忘れてはならない安全上の注意点がいくつかあります。

MS 内部で高電圧がかかる部品

MS が電源に接続されている場合、電源スイッチが切れていても、危険な電圧が以下の箇所に残留している可能性があります。

- MS 電源コードと AC 電源間の配線
- AC 電源本体
- AC 電源と電源スイッチ間の配線

電源のスイッチがオンの場合、以下の箇所に危険な電圧が残留している可能性があります。

- 機器内のすべての電子ボード
- これらのボードに接続された内部配線およびケーブル
- ヒーター（オーブン、検出器、注入口、またはバルブボックス）用配線

警告 **これらの部品はすべて、カバーで遮蔽されています。安全カバーが適切な位置にあれば、危険な電圧に間違って接触する可能性はまずありません。特に指示されない限り、検出器、注入口、またはオーブンをオフにしないでカバーを取り外すことのないようにしてください。**

警告 **電源コードの絶縁体が擦り切れたり磨耗したりした場合は、電源コードの交換をお願いします。不明な点は弊社コールセンターにお問い合わせください。**

静電気による MS の損傷

MS 内のプリント基板は、静電放電によって損傷する可能性があります。やむを得ない場合を除き、PC 基板には触らないでください。PC 基板を取り扱う必要がある場合は、接地されたリストストラップを着用し、その他の帯電防止措置を取ってください。

非常に高温となる部品

GC/MS の部品の多くは非常に高温で稼動しており、触れると重度のやけどを負う恐れがあります。そうした部分には以下のものが含まれます。しかしこれらがすべてではありません。

- 注入口
- オーブンとその内容物
- バルブボックス
- 検出器
- カラムを注入口または検出器に取り付けるカラムナット
- フォアラインポンプ
- GC/MS トランスファライン

MS の上記部分における作業は、加熱した部分を室温まで冷却してから行います。加熱した部分の温度を最初に室温に設定すると、早く温度が下がります。設定温度になったら、該当部分の電源を切ります。高温部分でのメンテナンスが必要な場合は、手袋を着用してレンチを使用します。できる限り、機器のメンテナンスを行う部分を冷却してから作業を実施してください。

警告 **機器の背面で作業を行う場合は注意してください。GC の冷却中に高温になった空気が放出され、やけどの原因となる恐れがあります。**

警告 **注入口、検出器、バルブボックス、および絶縁カップを取り巻く絶縁体には、耐熱セラミック繊維が使用されています。繊維粒子を吸引しないように、次の安全手順を守ることをお勧めします。作業場所を換気してください。長袖、手袋、保護めがね、使い捨て防塵マスクを着用してください。絶縁体はビニールの袋に封をして所在地域の規制に従って処理してください。絶縁体を扱ったら、低刺激性の石鹸と冷水で手を洗ってください。**

標準のフォアラインポンプの下のオイルパンは引火する恐れがあります

オイルパン内の油布、紙タオルなどの吸収性のある素材は、発火してポンプや MS の他の部品を損傷する恐れがあります。

警告 **フォアライン（粗引き）ポンプの上、下、または周囲に置かれた可燃性のある素材（または、引火性 / 非引火性の浸潤性素材）は、引火の恐れがあります。**
パンを清潔に保ち、紙タオルなどの吸収性のある素材をなかに放置しないでください。

水素の安全性

警告 **GC キャリアガスに水素を使用すると、危険な場合があります。**

警告 **キャリアガスあるいは燃料ガスに水素（H_2）を使用する場合、水素ガスが GC オーブンに流入して爆発の危険があることに注意してください。したがって、すべての接続が完了するまでは水素の供給をオフにしてください。また水素ガスが機器に供給される時には、必ず注入口および検出器にカラムが正しく取り付けられていること、または密栓されていることを確認してください。**

水素は引火性の高い気体です。漏れた水素が密閉空間にとどまると、引火や爆発の危険があります。水素を使用する場合、機器を稼動させる前にすべての接続、配管、およびバルブのリークテストを実施してください。機器の作業は、必ず水素供給を元栓で止めてから実施します。

水素は GC キャリアガスとして使用されることがあります。水素は爆発の可能性があり、その他にも危険な特性を持っています。

- 水素は幅広い濃度で可燃性を示します。大気圧下では、体積中に 4% から 74.2% の濃度で可燃性を示します。
- 水素はガスの中で最も早い燃焼速度を持っています。
- 水素は非常に小さいエネルギーで発火します。
- 高圧によって急速に膨張する水素は、自然発火することがあります。
- 水素は、明るい光のもとでは見えない、非発光フレームで燃焼します。

GC/MS 操作に特有な危険性

水素を使用する場合は、危険性が伴います。一般的な危険もありますが、GC あるいは GC/MS 特有の危険もあります。次のような危険性がありますが、これがすべてではありません。

- 水素漏れによる燃焼
- 高圧シリンダからの水素の急速な膨張による燃焼
- GC オーブン内の水素の蓄積とその結果起こる燃焼（GC マニュアルおよび GC オーブンのドア上部にあるラベルを参照）
- MS 内の水素の蓄積とその結果起こる燃焼

MS 内の水素の蓄積

警告 **MS は、注入口の漏れや検出器のガスの流れを検出できません。したがって、カラムフィッティングが常にカラムに取り付けられていること、またはキャップや栓が閉まっていることが非常に重要です。**

すべてのユーザーは、水素が蓄積するメカニズムに注意を払い（表 2）、水素が蓄積したことが確実な場合または疑われる場合に取るべき措置を知っておく必要があります。これらのメカニズムは、すべての質量分析計に適用されることに注意してください。

表 2 水素蓄積メカニズム

メカニズム	結果
質量分析計がオフ	質量分析計は意図的に停止できます。内部または外部の障害によって偶発的に停止することもあります。質量分析計が停止しても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。
質量分析計のシャットオフバルブが自動閉鎖	質量分析計にはキャリブレーションバイアルおよび試薬ガス用の自動シャットオフバルブが備えられています。オペレータの意図的な処置やさまざまな障害によりシャットオフバルブが閉じる場合があります。シャットオフバルブが閉じても、キャリアガスの流入が止まることはありません。このため、水素は質量分析計に徐々に蓄積する可能性があります。

表 2 水素蓄積メカニズム（続き）

メカニズム	結果
GC オフ	GC は意図的に停止できます。内部または外部の障害によって偶発的に停止することもあります。GC が異なると違った反応を示します。EPC を備えた 7890A GC が停止すると、EPC がキャリアガスの流入を止めます。キャリアガスの流入が EPC によって制御されない場合、流量は最大値まで増大します。その流量が、複数の質量分析計が排出可能な量を超える流量であると、質量分析計内に水素が蓄積してしまいます。同時に質量分析計が停止した場合、急速に蓄積されます。
電源障害	電源に障害が発生すると、GC および質量分析計は停止します。しかし、キャリアガスは必ずしも停止しません。前に説明したように、一部の GC では、電源障害が発生するとキャリアガスの流量は最大になります。このため、水素が質量分析計内に蓄積する可能性があります。

警告 **質量分析計に水素が蓄積してしまうと、水素を除去するときに非常に注意深い対応が必要となります。水素が充満した質量分析計を正しく開始しないと爆発の原因となる場合があります。**

警告 **電源障害から回復した後、質量分析計が起動して自動的に真空排気処理を開始する場合があります。しかし、このことは水素がシステムからすべて除去されたことや、爆発の危険が去ったことを保証するものではありません。**

メンテナンス時のトラブル防止

水素キャリアガスで GC/MS を運転する場合、以下の注意事項を守ってください。

機器に関する警告

警告

フロントのアナライザのサイドプレート上部にあるつまみねじと、リアのアナライザのサイドプレート上部にあるつまみねじをどちらも指で確実に締めてください。つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となることがあります。

コリジョンセル内のトッププレートのシッピングブラケットは締めたままにしておきます。通常動作では、付属のブラケットをトッププレートから取り外してはいけません。ブラケットは、万一爆発が起きた場合にトッププレートを保護します。

アナライザ前面のガラス窓からプラスチックのカバーを取り除く必要があります。万一爆発が起った場合、このカバーが外れる可能性があります。

警告

MS の安全を上記の説明のように確保しないと、爆発によって人体に被害を与える危険性が増大します。

実験室での一般的な注意事項

- キャリアガスラインの漏れを防いでください。リークディテクタを使用して定期的に水素漏れが発生していないか確認してください。
- 実験室から発火源（直火、火花を出す機器、静電気の発生源など）をできるだけ取り除いてください。
- 高圧ボンベから水素を直接大気に排気しないでください（自然発火の危険あり）。
- ビン入りの水素を使用せず、水素発生機器を使用してください。

操作上の注意事項

- GC または MS を停止するときは、必ず水素の元栓を閉めてください。
- コリジョンセルガスとして水素を使用しないでください。

- MS の大気開放を行うときは、必ず水素の元栓を閉めてください（キャリアガスを流さずにキャピラリカラムを熱しないでください）。
- MS のシャットオフバルブを閉めるときは、必ず水素の元栓を閉めてください（キャリアガスを流さずにキャピラリカラムを熱しないでください）。
- 電源障害が発生した場合、水素の元栓を閉めてください。
- GC/MS システムが無人運転されている間に電源異常が発生した場合は、システムが自動再開始していても、以下の処置をしてください。

  1 すぐに水素の元栓を閉めます。

  2 GC をオフにします。

  3 MS をオフにし、1 時間そのままにして冷却します。

  4 室内にある発火源をすべて取り除きます。

  5 MS の真空マニフォールドを大気に向けて開きます。

  6 水素が拡散するまで少なくとも 10 分間待ちます。

  7 GC および MS を正常な状態として開始します。

水素ガスを使用するときには、漏れがないかシステムをチェックして、地域の環境衛生（EHS）要件に基づいて火災および爆発の危険を回避してください。常に漏れを確認してからタンクの変更やガスラインのメンテナンスをしてください。排気管が換気ドラフトに取り付けられていることを常に確認します。

安全および規制に関する認証

7000 シリーズのトリプル四重極 GC/MS は、次の安全基準に適合しています。

- Canadian Standards Association (CSA): CAN/CSA-C222 No. 61010-1-04
- CSA/Nationally Recognized Test Laboratory (NRTL): UL 61010–1
- International Electrotechnical Commission (IEC): 61010–1
- EuroNorm (EN): 61010–1

7000 トリプル四重極 MS は、次の電磁両立性（EMC）および無線周波数干渉（RFI）に関する規制に適合しています。

- CISPR 11/EN 55011: グループ 1、クラス A
- IEC/EN 61326
- AUS/NZ

この ISM デバイスは、カナダの ICES-001 に適合しています。Cet appareil ISM est conforme a la norme NMB–001 du Canada.

7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS は、ISO 9001 に登録された品質システムで設計および製造されています。

情報

Agilent Technologies 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS は、次の IEC（国際電気標準会議）の規格を満たしています。安全クラス I、実験機器、設置カテゴリ II、汚染度 2

Agilent Technologies 7000 シリーズトリプル四重極 MS は、認証された安全基準に準拠して設計、テストされており、室内における使用を目的として設計されています。本機器が製造者の指定以外の方法で使用された場合、本機器に装備された安全保護機能が低下します。MS の安全保護機能が低下した場合は、すべての電源から機器を外して、意図しない動作が発生しないようにしてください。

修理については、正規のサービス員にお問い合わせください。部品を交換、または機器を無断で改造すると、安全上の問題が生じる可能性があります。

警告ラベル

この機器の操作、サービス、および修理の全段階を通じて、マニュアルやこの機器で表示される警告を必ず守ってください。これらの注意を遵守しなければ、設計の安全基準や機器の使用目的に反することになります。Agilent Technologies は、お客様がこれらの要件を遵守しなかった場合の責任は一切負わないものとします。

詳細については、付随情報を参照してください。

高温部を表します。

危険電圧を表します。

アース（接地）ターミナルを表します。

火災・爆発の危険性を表します。

放射能の危険を表します。

静電気の危険を表します。

このラベルの付いている電気製品は家庭ゴミとして捨ててはいけないことを示します。

電磁環境両立性（EMC）

このデバイスは、CISPR 11 要件に準拠しています。操作は、次の条件のもとで実施されるものとします。

- このデバイスによる有害な干渉が発生しないこと。
- このデバイスは、すべての干渉（誤動作を引き起こす可能性のある干渉を含む）に順応できること。

この機器がラジオやテレビの受信に有害な干渉を引き起こすかどうかは、機器のスイッチをつけたり切ったりすることで判断できます。干渉を引き起こす場合は、次の手段を 1 つ以上試すことをお勧めします。

1. ラジオやアンテナの位置を動かす。
2. ラジオまたはテレビからデバイスを遠ざける。
3. デバイスを別のコンセントに差し込んで、ラジオまたはテレビとは別の電気回路を使用する。
4. すべての周辺機器についても電磁環境両立性（EMC）が認証されているか確認する。
5. 適切なケーブルでデバイスを周辺機器に接続しているか確認する。
6. 機器の販売店、Agilent Technologies、または実績のある技術者に相談して支援を求める。

Agilent Technologies が明示的に認めた以外の変更または改造が行われた場合、機器を操作するユーザー権限が無効になることがあります。

放射音圧レベル

音圧

音圧（Lp）70dB 未満（EN 27779:1991、EN ISO 3744:1995）

Schalldruckpegel

Schalldruckpegel LP < 70 dB nach EN 27779:1991 und EN ISO 3744:1995.

使用目的

Agilent の製品は、Agilent 製品のユーザーズガイドに記載されている方法のみで使用されなければなりません。それ以外の方法で使用すると、製品の損傷または怪我につながる恐れがあります。Agilent は、全体的であれ、部分的であれ、製品の不適切な使用、製品への承認されていない変更、調整、改造、Agilent 製品のユーザーズガイドに記載される手順の不順守、適応される法律、規則、規制に反する製品の使用に起因する損傷には責任を持ちません。

製品のクリーニング / リサイクル

外装をクリーニングする場合は、電源を外して、水気のない柔らかい布で拭いてください。製品のリサイクルについては、弊社コールセンターにお問い合わせください。

液体の流入

MS に液体をこぼさないでください。

MS の移設と保管

MS の機能を適切に維持する最良の方法は、キャリアガスの流入で MS を真空排気して温度を保つことです。MS を移設あるいは保管する計画がある場合、さらにいくつかの予防措置が必要となります。MS は常に必ず直立した状態を維持しなければならず、移動中はこの点に特に注意が必要です。MS は長い間大気開放した状態のままであってはなりません。詳細に関しては、70 ページの「MS を移設または保管する」を参照してください。

1 はじめに

2
GC カラムを取り付ける

カラム　28
キャピラリカラムの取り付けを準備する　30
スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける　32
キャピラリカラムをコンディショニングする　34
GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには　35

お使いの GC/MS システムを稼動させる前に、GC カラムの選択、取り付け、コンディショニングが必要です。本章ではカラムの取り付けおよびコンディショニング方法を説明します。正しいカラムと流量を選択するために、使用する MS の真空システムの種類を知ることが必要です。左サイドパネルの前側下部にあるシリアル番号のタグにモデル番号が記載されています。

カラム

MS で使用できる GC カラムの種類は多くありますが、いくつか制限があります。

チューニングまたはデータ取り込み中は、MS へのカラム流量が推奨最大値を超えてはなりません。したがって、カラムの長さや流量に制限があります。推奨する流量を超えると質量スペクトルおよび感度性能が劣化します。

カラム流量はオーブン温度によって大きく変化することに留意してください。使用するカラムの実際の流量を測定する方法については、55 ページの「カラムをキャリブレーションする」を参照してください。使用可能なカラム流量を判断するには、Agilent Instrument Utilities ソフトウェアの流量計算ツールと表 3 を使用します。予想されるカラム出口流圧については、EI モードには表 7、CI モードには表 10 に示される値を使用します。

表 3 ガス流量

機構	G7000
高真空ポンプ	スプリットフローターボ
最適 HE カラムガス流量、mL/min（キャリアガス）	1 ～ 2
試薬ガス流量、mL/min	1 ～ 2
コリジョンセルガス流量	3 ～ 4
推奨最大ガス流量、mL/min*	4
最大ガス流量、mL/min†	6.5
最大カラム id	0.53 mm (長さ 30 m)

* MS への合計ガス流量 = カラム流量 + コリジョンセルガス流量 + 試薬ガス流量（該当する場合）+Agilent Quick Swap 流量（該当する場合）

† スペクトル性能および感度の劣化が予測されます。

カラムのコンディショニング

カラムを GC/MS インターフェースに接続する前にコンディショニングが必要です。

キャピラリカラムの液相の一部が、キャリアガスによって流されることがよくあります。この現象をカラムブリードと言います。カラムブリードは MS イオン源に付着します。カラムブリードによって MS 感度が落ちるため、イオン源の洗浄が必要となります。

カラムブリードは、一般的に新しいカラムやクロスリンクが不十分なカラムで発生します。カラムが熱せられたときにキャリアガス中に微量の酸素があると、ブリードはさらにひどくなります。カラムブリードをできるだけ少なくするには、すべてのキャピラリカラムをコンディショニングしてから GC/MS インターフェースに取り付けてください。

フェラルのコンディショニング

フェラルを取り付ける前に最高使用温度まで数回加熱すると、フェラルからの化学物質によるブリードを減らすことができます。

ヒント

- 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS のカラム取り付け手順は、以前の MS の手順とは異なります。他の機器での取り付け手順は使用できません。これを無理に行うと、カラムまたは MS に損傷を与える可能性があります。
- 普通の押しピンを使ってカラムナットから古いフェラルを取り外すことができます。
- 99.9995% 以上の純度のキャリアガスを常に使用してください。
- 何回も加熱と冷却を繰り返すと、熱膨張によって新しいフェラルが緩むことがあります。2、3 回加熱した後に、締まり具合を確認してください。
- カラムを取り扱うとき、特に GC/MS インターフェースにカラムの先端を挿入するときは常に清潔な手袋を着用してください。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MS にカラムを取り付けて真空排気されるまでキャリアガスを流さないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MS に蓄積して爆発が起こる可能性があります。" 水素の安全性 " を参照してください。

警告

キャピラリカラムを取り扱うときは常に保護メガネを着用してください。カラムの先端で肌を刺さないように注意してください。

キャピラリカラムの取り付けを準備する

準備するもの

- キャピラリカラム
- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.27 mm id、0.10 mm id カラム用（5062-3518）
  - 0.37 mm id、0.20 mm id カラム用（5062-3516）
  - 0.40 mm id、0.25 mm id カラム用（5181-3323）
  - 0.5 mm id、0.32 mm id カラム用（5062-3514）
  - 0.8 mm id、0.53 mm id カラム用（5062-3512）
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 注入口カラムナット（Agilent 7890A 用 5181-8830）
- ルーペ
- セプタム（使用されて古くなった注入口セプタムでも可）

警告 **GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC が冷却したことを確認するまでどの加熱部にも触れないでください。**

手順

注意 GC またはアナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

1 オーブンを室温まで冷却します。

2 清潔な手袋を着用して、セプタム、カラムナットおよびコンディショニングされたフェラルの順でカラムに通します（図 2）。フェラルのテーパー側を上に向けて通します。

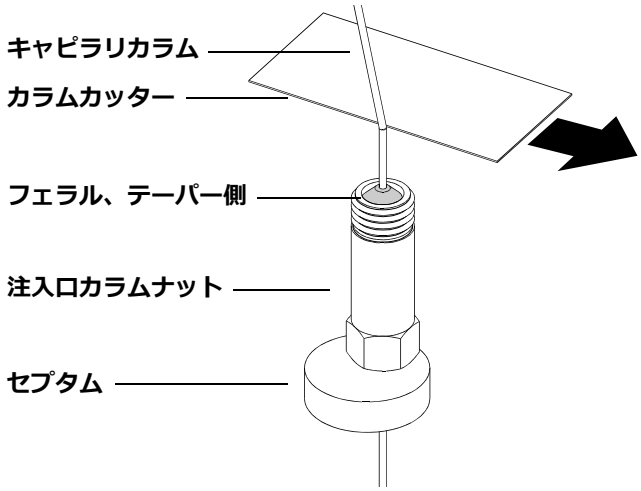


図 2　　キャピラリカラムの取り付け準備

3　カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。

4　カラムカッターに対して親指でカラムを押さえながら、カラムカッターの端でカラムを折ります。

5　端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 3 および 4 を繰り返します。

6　カラムの先端の外側をクリーニングする場合は、メタノールで湿らせた柔らかい布で拭いてください。

スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける

準備するもの

- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 定規
- 両口スパナ、1/4- インチおよび 5/16- インチ（8710-0510）

他のタイプの注入口にカラムを取り付けるには、『ガス クロマトグラフ オペレーティングマニュアル』を参照してください。

手順

警告 **GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC が冷却したことを確認するまでどの加熱部にも触れないでください。**

1. カラムの取り付け準備をします（30 ページの「キャピラリカラムの取り付けを準備する」）。
2. カラムナットの下のセプタムを、フェラルの端から 4 ～ 6 mm 出るように調整します（図 3）。
3. カラムを注入口に挿入します。
4. ナットをスライドさせてカラムを注入口の底まで上げ、ナットを指で締めます。
5. セプタムがカラムナットの底と接するようにカラム位置を調整します。
6. カラムナットをさらに 1/4 から 1/2 回転締めます。軽く引っ張ってもカラムがずれないようにします。
7. キャリアガスをオンにします。
8. カラムの出口側をイソプロパノール等に浸けてガスの流れを検証します。泡が出ていることを確認します。

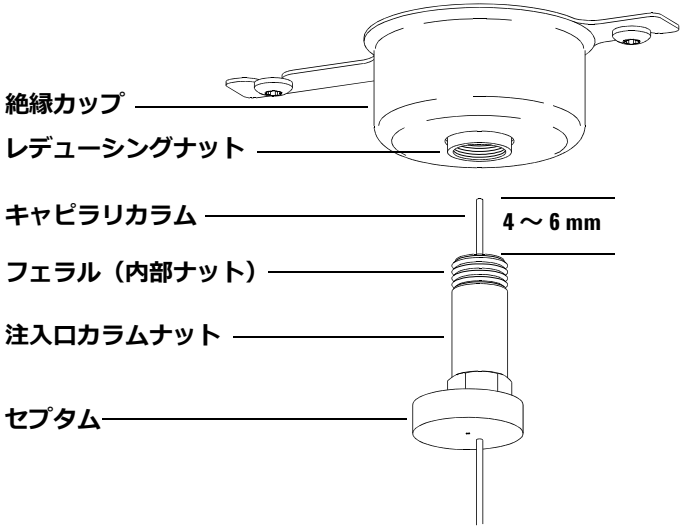


図 3　スプリット / スプリットレス注入口へのキャピラリカラムの取り付け

キャピラリカラムをコンディショニングする

準備するもの

- キャリアガス（純度 99.9995% 以上）
- 両口スパナ、1/4- インチおよび 5/16- インチ（8710-0510）

警告 **水素を使って、使用するキャピラリカラムをコンディショニングしないでください。GC オーブンに水素が蓄積すると爆発の危険性があります。キャリアガスとして水素を使用する場合、最初に、ヘリウム、窒素またはアルゴンなどの超高純度（純度 99.999% 以上）の不活性ガスでコンディショニングしてください。**

手順

警告 **GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC の部品が冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

1. カラムを GC 注入口に取り付けます（32 ページの「スプリット / スプリットレス注入口にキャピラリカラムを取り付ける」を参照してください）。
2. ガスの流速を、30cm/s またはカラム製造元の推奨速度に設定します。ガスを 15 ～ 30 分間、室温でパージし、空気を除去します。
3. オーブンを室温からカラムの最高温度までプログラムします。
4. 10 ～ 15 ℃ /min の速度で温度を上げます。
5. 最高温度を 30 分間維持します。

注意 GC/MS インターフェース、GC オーブン、または注入口のいずれも、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

6. GC オーブン温度を 30 ℃に設定し、GC の準備ができるまで待ちます。
7. カラムを MS インターフェースに取り付けます。

参考資料

キャピラリカラムの取り付けに関する詳細については、『*Optimizing Splitless Injections on Your GC for High Performance MS Analysis*』（出版番号 5988-9944EN）を参照してください。

GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには

以下の手順は、キャピラリカラムをアナライザに取り付ける方法です。Agilent のキャピラリ フロー テクノロジーの Quick Swap アクセサリまたは他の CFT デバイスを使用している場合は、該当するマニュアルを参照してください。

Agilent 7890A GC

準備するもの

- カラムカッター、セラミック製（5181-8836）またはダイヤモンド製（5183-4620）
- フェラル
  - 0.3 mm id、0.10 mm id カラム用（5062-3507）
  - 0.4 mm id、0.20 および 0.25 mm id カラム用（5062-3508）
  - 0.5 mm id、0.32 mm id カラム用（5062-3506）
  - 0.8 mm id、0.53 mm id カラム用（5062-3512）
- 懐中電灯
- ルーペ
- 清潔な手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- インターフェースカラムナット (05988-20066)
- 保護メガネ
- 両口スパナ、1/4- インチおよび 5/16- インチ（8710-0510）

注意　GC またはアナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

手順

1 カラムをコンディショニングします（34 ページの「キャピラリカラムをコンディショニングする」を参照してください）。

警告 **アナライザ、GC/MS インターフェース、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

2 MS のベント（66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）を行い、アナライザを開きます（104 ページの「フロントアナライザを開ける」を参照してください）。GC/MS インターフェースの端が見えることを確認してください。

警告 **GC は高温で稼働します。火傷をしないように、GC の部品が冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

3 インターフェースナットおよびコンディショニングされたフェラルを GC カラムの先端に通します。フェラルのテーパー側をナットの方向に向けます。

4 カラムカッターを使用してカラムの端から 2 cm のところに傷を付けます。

5 カラムカッターに対して親指でカラムを押さえながら、カラムカッターの端でカラムを折ります。

6 端が尖っていたりバリがないか調べます。切れ目が平らでない場合、ステップ 4 および 5 を繰り返します。

7 GC/MS インターフェースにカラムを挿入してください（図 4）。カラムをインターフェースの端から 1 ～ 2 mm 突き出すように調整します。

アナライザの内側にあるカラムの端を見る場合、必要であれば懐中電灯と拡大ルーペを使用してください。指でカラムの先端を触って調べないでください。

8 ナットを手で締めます。ナットを締めるときにカラムの位置がずれないように注意します。

9 GC オーブン内で、カラムがオーブンの壁に触れていないことを確認します。

10 ナットを 1/4 から 1/2 回転締めます。

11 1、2 回加熱を繰り返した後、ナットが緩んでいないことを確認し、必要に応じて再度締め直してください。

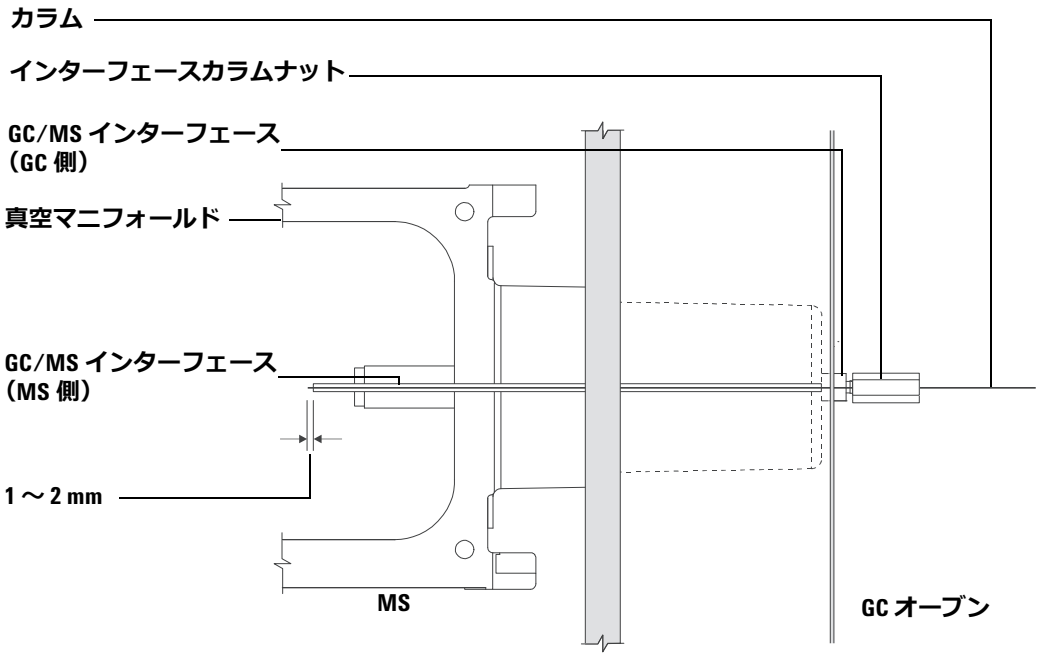


図 4　GC/MS インターフェースへのキャピラリカラムの取り付け

3
電子イオン化（EI）モードで操作する

データシステムから MS を操作する 40
LCP から MS をモニタリングする 40
LCP メニュー 42
EI GC/MS インターフェース 43
MS のスイッチを入れる前に 45
真空排気する 46
温度を制御する 46
カラム流量を制御する 47
コリジョンセル流量を制御する 47
MS を大気開放する 48
EI モードの高真空圧 49
MS の温度および真空状態のモニタを設定する 50
MS アナライザの温度を設定する 52
MassHunter ワークステーションから GC/MS インタ ーフェースの温度を設定する 54
カラムをキャリブレーションする 55
コリジョンセルガスをコンフィグレーションする 58
コリジョンセルガスの流量を設定する 59
EI モードで MS をオートチューニングする 60
左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする 62
MS を真空排気する 63
MS を大気開放する 66
CI イオン源から EI イオン源へ切り替える 68
MS を移設または保管する 70
GC からインターフェースの温度を設定する 72
メソッドを GC に保存する 73

本章では、EI モードでの 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS の通常操作手順の実施方法をいくつか説明します。

注意 ソフトウェアおよびファームウェアは定期的に改訂されます。これらの手順が MassHunter ワークステーションソフトウェアの手順と合わない場合、お使いのソフトウェアの詳細情報が記載されたマニュアルおよびオンラインヘルプを参照してください。

データシステムから MS を操作する

Agilent MassHunter データ測定ワークステーションから、真空排気、圧力のモニタ、温度設定、チューニングおよびベントの準備などの作業を実行できます。これらの作業は本章で説明します。さらに詳細な情報は、MassHunter ワークステーションソフトウェアに付属のマニュアルおよびオンラインヘルプに説明されています。

7000 トリプル四重極の EI モードには、2 つのタイプの EI イオン源があります。標準の EI イオン源（G7008A）には、ドローアウトレンズアセンブリが装備されています。標準イオン源のアップグレード版の高感度エクストラクタ EI イオン源（G7008B）には、ドローアウトプレートとドローアウトシリンダの代わりにエクストラクタレンズが使用されます。これによって、サンプルのイオン化の感度が向上します。測定メソッドで使用する測定ソフトウェアのチューニングファイルで、使用している EI イオン源のタイプを指定する必要があります。

LCP から MS をモニタリングする

ローカルコントロールパネル（LCP）では Agilent MassHunter ワークステーションを使用しないで MS のステータスを表示できます。

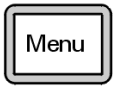
MassHunter ワークステーションは、ローカルエリアネットワーク（LAN）により任意の場所に配置できるので、MassHunter ワークステーション機器の近くになくてもかまいません。LCP は LAN を介して MassHunter ワークステーションと通信するので、MS から MassHunter ワークステーションモニタにアクセスできます。

注記 LCP からは特定の機能のみが使用できますが、GC/MS MassHunter データ測定ワークステーションは機器制御操作のほとんどを実行できるフル機能コントローラです。

LCP の操作

LCP は [メニュー] ボタンを使用して GC/MS のさまざまな局面について問い合わせを行います。

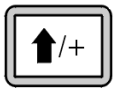
特定のメニュー項目にアクセスするには：



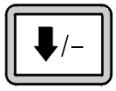
必要なメニューが表示されるまで [**メニュー (Menu)**] を押します。

必要なメニュー項目が表示されるまで [**項目 (Item)**] を押します。

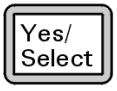
プロンプトに対応したり、オプションを選択するには次のキーを使用します。



表示された値を増加させたり、上にスクロールするには（メッセージリストの場合など）[**上へ (Up)**] を使用します。



表示された値を減少させたり、下にスクロールするには（メッセージリストの場合など）[**下へ (Down)**] を使用します。



現在の値を受け入れるには [**はい / 選択 (Yes/Select)**] を使用します。

現在の値を変更したり、前のメニューに戻る場合は [**いいえ / キャンセル (No/Cancel)**] を使用します。

LCP メニュー

特定のメニュー項目にアクセスするには、特定のメニューが表示されるまで [**メニュー**] を押し、特定のメニュー項目が表示されるまで [**項目**] を押します。表 4 から表 6 にメニューと選択肢を示します。

表 4 MS パラメータメニュー

処理	説明
高真空圧	アナライザの圧力を表示します。
イオン源温度、℃	実際のイオン源温度と設定値を表示します。
四重極 1 温度、℃	実際のフロントマスフィルタ温度と設定値を表示します。
四重極 2 温度、℃	実際のリアマスフィルタ温度と設定値を表示します。
ターボ速度 %	ターボポンプ速度を表示します。

注記

MS パラメータは LCP からは設定できません。MS に接続されているオンラインの GC/MS MassHunter ワークステーションから設定する必要があります。

表 5 ネットワークメニュー

処理	説明
IP アドレス	MS の IP アドレスを表示します。
サブネットマスク	MS のサブネットマスクを表示します。
ゲートウェイ	「見つかりません」が表示されます。
MAC アドレス	MS の SmartCard の MAC アドレスを表示します。
標準ネットワークコンフィグレーションのインストール	[はい] を選択すると、コンフィグレーションを出荷時のデフォルトに設定します。
カスタマイズされたネットワークコンフィグレーションのインストール	[はい] を選択すると、Telnet ネットワークコンフィグレーションコマンドを使用してカスタマイズされたコンフィグレーションをインストールします。サービスの変更です。

表 6　LCP テストメニュー

処理	説明
LCP ボタンのテスト？	画面の指示に従って各 LCP ボタンをテストできます。
LCP ディスプレイのテスト？	[はい] を選択すると、LCP ディスプレイにドット落ちがないかテストできます。
LCP ディスプレイフローコントロールテスト	LCP ディスプレイに不規則なパターンがないか確認できます。
LCP ビープのテスト？	3 秒後にビープが表示されます。

EI GC/MS インターフェース

GC/MS インターフェース（図 5）は、MS 内部にキャピラリカラムを通すための加熱された導管です。インターフェースはフロントアナライザの右側にボルトで固定され、
O- リングシールが使用されています。保護カバーがあり、所定の位置に取り付けておかなければなりません。

GC/MS インターフェースの一方の端は、ガスクロマトグラフの側面から GC オーブンに達します。この端の部分はねじ山状になっていて、ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェースのもう一方の端はイオン源に挿入されています。ガイドチューブの端からキャピラリーカラムが 1 ～ 2mm 出た状態でイオン化室に達しています。

GC/MS インターフェースは電気カートリッジヒーターによって加熱されています。通常、ヒーターは、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御されています。インターフェース温度は MassHunter ワークステーションまたはガスクロマトグラフから設定できます。インターフェースのセンサー（熱電対）が常に温度をモニタします。

GC/MS インターフェースは、一般的に 250 ℃から 350 ℃の範囲内で動作させています。この条件下では、インターフェース温度が GC の最高オーブン温度より若干高温であることが必要ですが、「絶対に」カラムの最高使用温度を超えないように設定してください。

EI GC/MS インターフェースは EI イオン源でしか使用できません。ただし、CI GC/MS インターフェースはどちらのイオン源でも使用できます。

参考資料

35 ページの「GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには」.

警告 **GC/MS インターフェースは高温で動作します。高温時に触れると火傷を負います。**

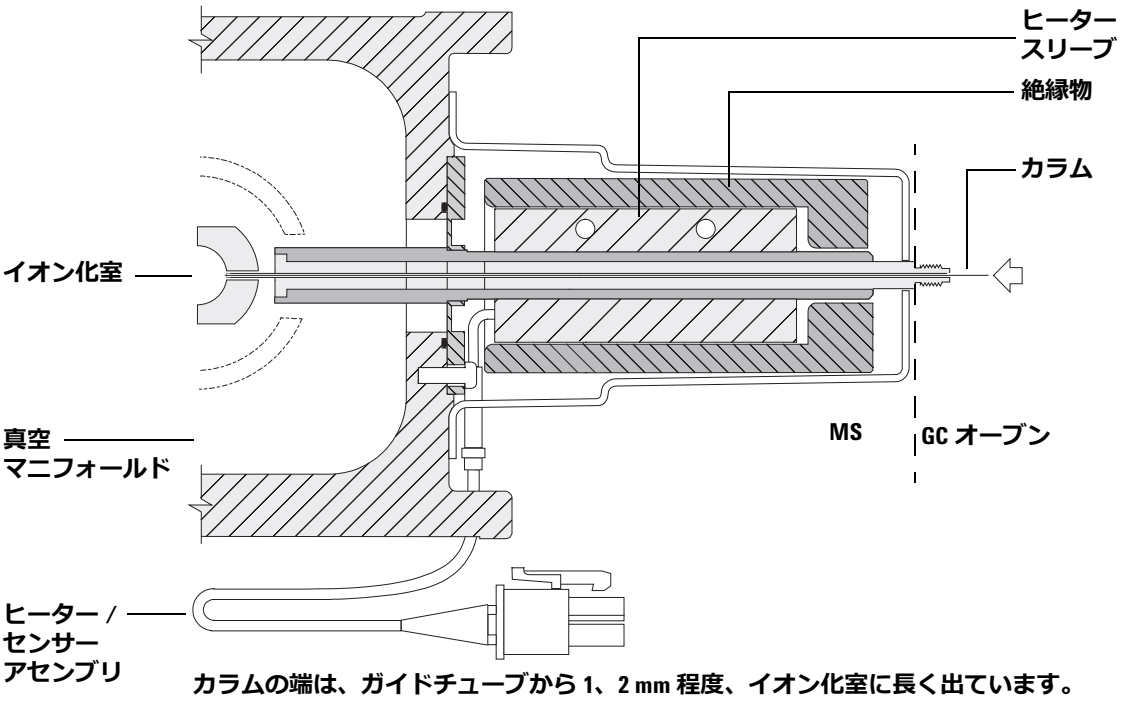


図 5 EI GC/MS インターフェース

MS のスイッチを入れる前に

以下のことを検証してから MS のスイッチを入れて運転を試みてください。

- ベントバルブが閉まっていること（つまみが時計回りに最後まで回っていること）。66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください。
- 他の真空シールおよびフィッティングすべてが所定の位置にあり、正しく固定されていること。危険なキャリアガスあるいは試薬ガスを使用しているのでない限り、アナライザプレートのつまみねじがすべて開いていること。
- MS が接地された電源に接続されている。
- GC/MS インターフェースが GC オーブン内に引き込まれている。
- コンディショニング済みのキャピラリカラムが GC 注入口と GC/MS インターフェースに取り付けられている。
- GC はオンであるが、GC/MS インターフェースの加熱部、GC 注入口、およびオーブンがオフである。
- 純度 99.9995% 以上のキャリアガスが、推奨トラップを使用して GC に配管されていること。
- キャリアガスとして水素を使用する場合、キャリアガス流入はオフになっていて、フロントアナライザサイドプレートの上部つまみねじとリアアナライザサイドプレートの上部つまみねじがどちらもゆるく締められていること。
- フォアラインポンプの排気が適切に換気されていること。

警告

フォアラインポンプからの排気には分析対象の溶媒および化学物質が含まれていることがあります。標準のフォアラインポンプを使用している場合には、微量のポンプオイルも残留しています。有毒な溶剤を使用する場合、または有毒化学薬品を分析する場合は、オイルトラップ（標準のポンプ）を取り外してホース（11-mm id）を取り付け、フォアラインポンプの排気を室外または換気ドラフト（排気）に排出してください。所在地域の規制に従っていることを確認してください。標準のポンプ用のオイルトラップは、ポンプオイルのみを止めます。有毒な化学物質を止めたり除去することはありません。

警告

キャリアガスとして水素を使用する場合、MS が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MS に蓄積して爆発が起こる可能性があります。“ 水素の安全性 ” を読んでから、水素キャリアガスで MS を作動させてください。

注意 7000 トリプル四重極 MS は、水素がキャリアガスとして使用されている場合、コリジョンセルでヘリウムを使用するようには設計されていません。

真空排気する

データシステムから MS の真空排気を行います。ほとんどの処理は自動です。ベントバルブを閉じ、メイン電源スイッチ（両方のアナライザサイドパネルを押しながら）を入れるとすぐに、MS は自動的に真空排気を開始します。データシステムのソフトウェアは真空排気中のシステムの状態をモニタ、表示します。圧力が十分に低くなると、イオン源およびマスフィルタのヒーターを入れ、プロンプトを表示して GC/MS インターフェースのヒーターを入れるように指示されます。真空排気が正常に行われないと、MS は停止します。

MS の各モニターを使用すると、データシステムは以下の情報を表示できます。

- ターボポンプ MS のモーター速度（回転速度のパーセント）
- アナライザ内の圧力（真空）

LCP もこのデータを表示できます。

温度を制御する

MS の温度はデータシステムから制御されます。MS には、それぞれ独立したヒーターと、イオン源、フロント四重極マスフィルタ、およびリア四重極マスフィルタ用の温度センサーがあります。データシステムから設定値を調整して温度を表示するか、ローカルコントロールパネルから表示のみを行います。

GC/MS インターフェースのヒーターは、通常、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源が供給され、制御されます。GC/MS インターフェースの温度はデータシステムまたは GC から設定やモニタができます。

カラム流量を制御する

キャリアガスの流量は GC のカラム注入口の圧力で制御されます。注入口の圧力が一定の場合、GC のオーブン温度が上がるにつれてカラム流量が減少します。EPC でカラムモードが [**コンスタントフロー**] に設定されていると、温度に関係なくカラム流量が一定に保たれます。

MS は実際のカラム流量の測定に使用できます。「少量」の空気または他の保持されていない化学物質を注入し、MS に到達するまでの時間を測定します。この時間を測定すると、カラム流量を算出できます。55 ページの「カラムをキャリブレーションする」を参照してください。

コリジョンセル流量を制御する

コリジョンセルガスの流量は、GC にある EPC モジュールで制御されます。コリジョンセルガスの流量は 2 種類のガスの組み合わせで、EPC 出口で混合され、1 本の配管で MS に送られます。通常、2 種類のガスは窒素とヘリウムです。混合 T 字管の前の EPC 出口におけるガス圧により、各ガスの流量が制御されます。これらの圧力は、MassHunter データ測定ワークステーションにより、または GC パネルで直接制御されます。59 ページの「コリジョンセルガスの流量を設定する」を参照してください。

MS を大気開放する

データシステムのプログラムによって、大気開放プロセスができます。プログラムは、適切な時点に GC および MS のヒーターとターボポンプをオフにします。MS 内の温度をモニタし、大気開放する時期が来ると通知します。

MS は誤ったベントによって損傷を受けます。ターボポンプは、標準運転速度の 50% を超えて回転している間に大気開放されると、損傷を受ける場合があります。

LCP もこのデータを表示できます。

警告

GC/MS インターフェースおよびアナライザが冷却（100 ℃未満）されたことを確認してから MS を大気開放してください。100 ℃は火傷をする温度であり、アナライザの部品を取り扱うときには常に布製の手袋を着用してください。

警告

水素をキャリアガスとして使用している場合、MS の電源をオフにする前にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MS 内に蓄積し、爆発する危険性があります。"水素の安全性" を読んでから、水素キャリアガスで MS を作動させてください。

注意

フォアラインホースの両端から空気を入れる方法で MS を大気開放することは絶対に行わないでください。ベントバルブを使用するか、カラムナットとカラムを取り外すようにして下さい。

ターボポンプの回転が通常の 50% を超えている間は、大気開放しないでください。

推奨するトータルガス流量の最大値を超えないでください。表 3 を参照してください。

EI モードの高真空圧

EI モードで動作圧力に最も大きな影響を与えるのはキャリアガス（カラム）およびコリジョンセルガスの流量です。表 7 に、ヘリウムおよび窒素コリジョンセルガスのさまざまな流量に対する代表的な圧力値の一覧を記載しています。これらの圧力値は概算値で、個々の機器によって 30% 程度変動します。

表 7　イオン真空ゲージ値にキャリアガスおよびコリジョンセルガスの流量が与える影響

	コリジョンセルガスがオン N2 = 1.5, He = 2.25		コリジョンセルガスがオフ		コリジョンセルガスがオン N2 = 1.5, He off	
カラム流量 (mL/min)	低真空	高真空	低真空	高真空	低真空	高真空
0.5	$1.58 * 10^{-1}$	$1.11 * 10^{-4}$	$8.82 * 10^{-2}$	$6.05 * 10^{-7}$	$1.36 * 10^{-1}$	$1.31 * 10^{-4}$
0.7	$1.61 * 10^{-1}$	$1.10 * 10^{-4}$	$9.92 * 10^{-2}$	$7.75 * 10^{-7}$	$1.39 * 10^{-1}$	$1.31 * 10^{-4}$
1	$1.66 * 10^{-1}$	$1.10 * 10^{-4}$	$1.00 * 10^{-1}$	$8.38 * 10^{-7}$	$1.44 * 10^{-1}$	$1.31 * 10^{-4}$
1.2	$1.69 * 10^{-1}$	$1.10 * 10^{-4}$	$1.05 * 10^{-1}$	$9.38 * 10^{-7}$	$1.47 * 10^{-1}$	$1.31 * 10^{-4}$
2	$1.80 * 10^{-1}$	$1.11 * 10^{-4}$	$1.22 * 10^{-1}$	$1.36 * 10^{-6}$	$1.60 * 10^{-1}$	$1.32 * 10^{-4}$
3	$1.95 * 10^{-1}$	$1.12 * 10^{-4}$	$1.41 * 10^{-1}$	$1.82 * 10^{-6}$	$1.75 * 10^{-1}$	$1.32 * 10^{-4}$
4	$2.10 * 10^{-1}$	$1.12 * 10^{-4}$	$1.57 * 10^{-1}$	$2.33 * 10^{-6}$	$1.90 * 10^{-1}$	$1.31 * 10^{-4}$
6	$2.37 * 10^{-1}$	$1.13 * 10^{-4}$	$1.89 * 10^{-4}$	$3.29 * 10^{-6}$	$2.18 * 10^{-1}$	$1.34 * 10^{-1}$

圧力が常にリストの値より高い場合、MassHunter ワークステーションソフトウェアのオンラインヘルプで、空気漏れおよび他の真空問題に関するトラブルシューティング情報を参照してください。

MS の温度および真空状態のモニタを設定する

1 つのモニタにつき、1 つの機器パラメータの現在値を表示できます。標準の機器コントロールウィンドウで追加できます。実際のパラメータがユーザーが定めた制限値を超えた場合、モニタの色が変わるように設定できます。

手順

1 [**メソッド**] > [**モニタ編集**] を押して、[**モニタ選択**] ダイアログボックスを表示します。図 6 を参照してください。

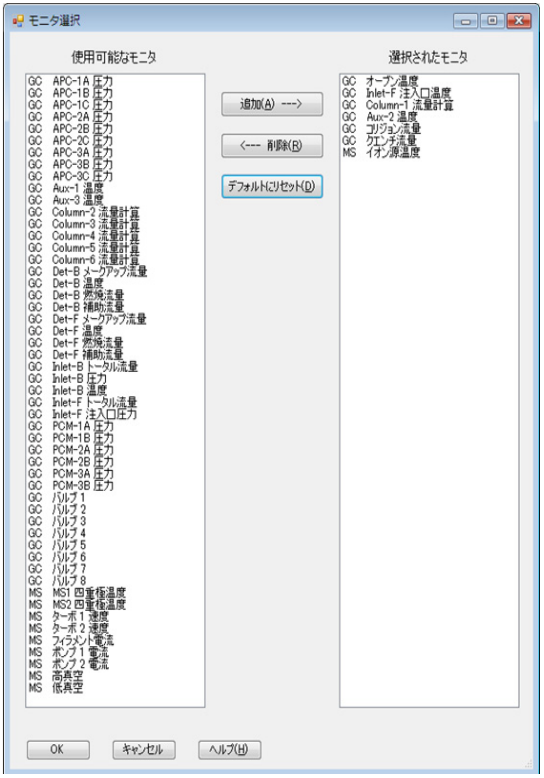


図 6 [モニタ選択] ダイアログボックス

2 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS 高真空**] を選択し、[**追加**] ボタンを押して [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

3 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS 1 ヒーター**] を選択し、[**追加**] ボタンを押して [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

4 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS 2 ヒーター**] を選択し、[**追加**] ボタンを押して [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

5 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS ターボ速度]** を選択し、[**追加**] ボタンを押して [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

6 [**使用可能なモニタ**] 列で [**MS イオン源温度**] を選択し、[**追加**] ボタンを押して [**選択されたモニタ**] 列に移動します。

7 設定したい他のモニタを選択して [**選択されたモニタ**] 列に追加します。

8 **[OK]** をクリックします。新しいモニタは [**機器コントロール**] ウィンドウの右下部にあるウィンドウの上にスタックされます。

9 [**ウィンドウ**] > [**プロット整列**] を選択するか、各モニタをクリックアンドドラッグして希望する位置に移動します。図 7 は、モニタ配置の一例です。

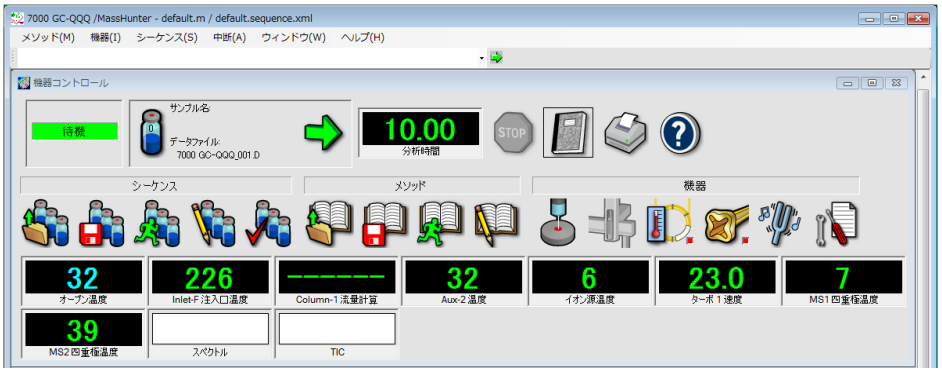


図 7　　モニタの配置

10 新規の設定をメソッドの一部とするには、[**メソッド**] メニューから [**メソッドの上書き保存**] を選択します。

MS アナライザの温度を設定する

MS イオン源、フロント四重極（MS1）、リア四重極（MS2）、および温度の設定値は最新のチューニングファイルに保存されています。メソッドがロードされると、そのメソッドに関連付けられたチューニングファイルの設定値が自動的にダウンロードされます。

手順

1 [**機器コントロール**] パネルで [**MS チューニング**] アイコンを選択し、[**チューニング**] ダイアログボックスを表示します。[**マニュアルチューニング**] タブの次に [**イオン源**] タブを選択して、イオン源パラメータを表示します。

2 [**イオン源温度**] フィールドに温度設定値を入力します。推奨設定値については、表 8 を参照してください。

3 [**MS1**] タブを選択して、MS1 パラメータを表示します。

4 [**MS1 四重極温度**] フィールドに温度設定値を入力します。推奨設定値については、表 8 を参照してください。

5 [**MS2**] タブを選択して、MS2 パラメータを表示します。

6 [**MS2 四重極温度**] フィールドに温度設定値を入力します。推奨設定値については、表 8 を参照してください。

7 [**ファイルとレポート**] タブを選択し、[**保存**] ボタンをクリックして、これらの変更とともにチューニングファイルを保存します。

表 8 推奨温度設定値

該当部分	EI 動作
MS イオン源	230 ℃
MS 四重極 1	150 ℃
MS 四重極 2	150 ℃

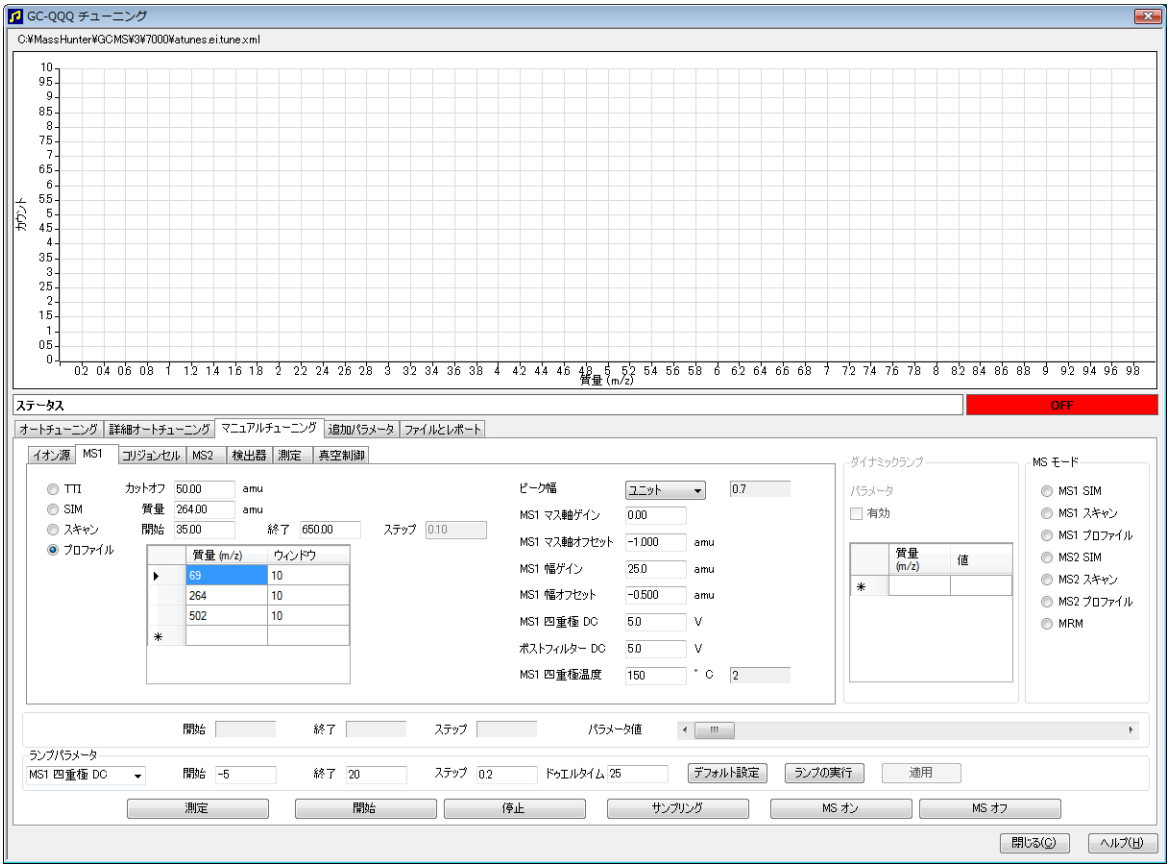


図 8　　温度の設定

GC/MS インターフェース、イオン源、MS1 四重極のヒーターは互いに影響します。ある部分の設定値が隣り合う部分の設定値と大きく異なる場合、アナライザの加熱部が温度を完全に制御できないことがあります。

警告

四重極 200 ℃、イオン源 350 ℃を以上の温度は、ソフトウェアで設定できません。

MassHunter ワークステーションから GC/MS インタ ーフェースの温度を設定する

これらの作業は [**GC コントロール**] パネルを使用しても実行できます。

手順

1 [**機器コントロール**] パネルで、[**機器**] > [**GC パラメータ**] を選択します。

2 [**Aux**] アイコンをクリックしてインターフェース温度を編集します（図 9）。この例では、GC/MS インターフェース温度は Thermal Aux 2 に設定されています。

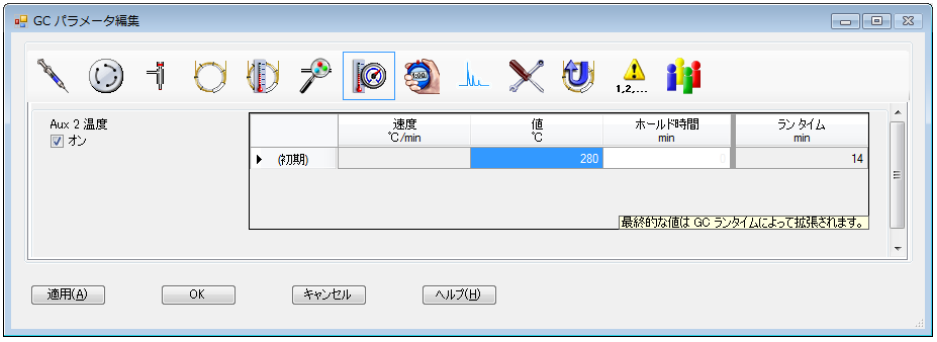


図 9 インターフェース温度の設定

注意　キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MS インターフェースあるいは GC オーブンを加熱してください。

注意　GC/MS インターフェース温度を設定する場合、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

3　ヒーターが**オン**であることを確認して、[**温度値**] 列に設定値を入力します。通常の設定値は 280 ℃です。設定できる範囲は 0 ℃から 400 ℃です。設定値が周囲温度より低いとインターフェースのヒーターがオフになります。

4　[**適用**] をクリックして設定値をダウンロードするか、[**OK**] をクリックして設定値をダウンロードしてからウィンドウを閉じます。

5　新規の設定をメソッドの一部とするには、[**メソッド**] メニューから [**メソッドの上書き保存**] を選択します。

カラムをキャリブレーションする

キャピラリカラムを MS で使用する前にキャリブレーションしておく必要があります。

手順

1　スプリットレス注入、SIM モードで *m/z* 28 を測定するように設定します。

2　GC キーパッドの **[プレラン]** を押します。

3　1µL の空気を GC 注入口に注入し、**[スタート]** を押します。

4　*m/z* 28 でピークが溶出するまで待ちます。リテンションタイムを書き留めます。

5　[**機器コントロール**] パネルで [**機器**] > [**GC コンフィグレーション**] を選択します。

6　[**コンフィグレーション**] タブをクリックします。

7　[**カラム**] タブを選択して、[**目録**] ボタンをクリックして、使用しているカラムが目録にあることを確認します。キャリブレーションするカラムを選択して、[**選択したカラムの取り付け**] をクリックします。

8 目録にあるカラムを強調表示し、[**キャリブレーション**] ボタンを選択します。

9 [**長さを計算**] ボタンを選択します。

10 [**カラムの長さを計算**] ダイアログボックスの [**ホールドアップタイム**] フィールドに、記録されたリテンションタイムを入力します。記載されたその他のパラメータ（温度、注入口および出口圧力、ガスタイプ）が、ホールドアップ時間を判断するのに使用されたメソッドのものと同一であることを確認します。メソッドで使用されたものと異なるパラメータがあれば変更します。

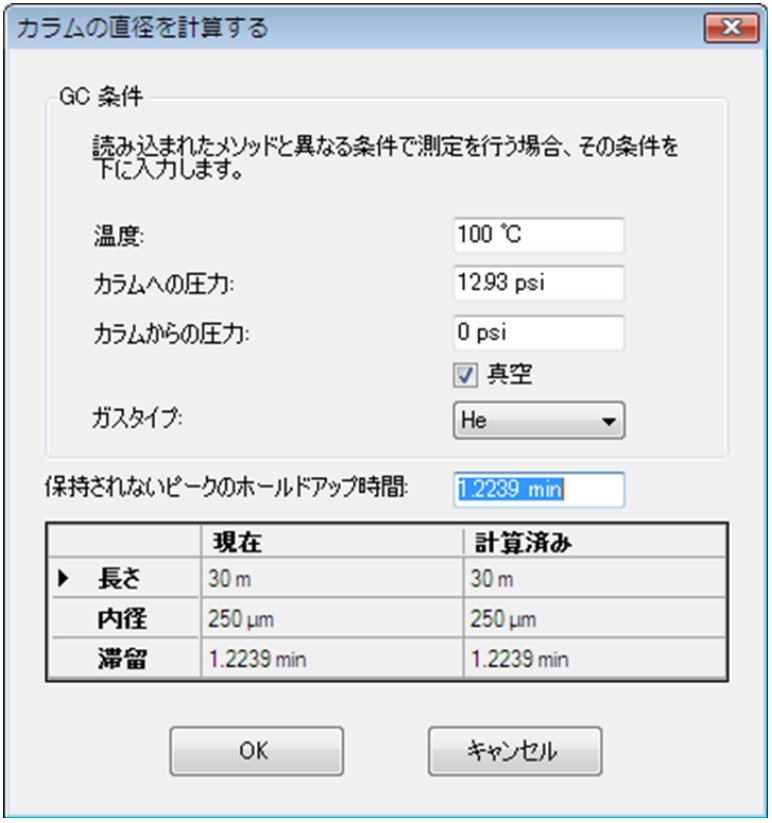


図 10 [カラムの長さを計算] ダイアログボックス

11 新しいカラムの長さが表示されたら、[**OK**] をクリックして変更を保存します。

12 [**カラムのキャリブレーション**] 画面で [**OK**] をクリックし、キャリブレーションを保存します。

コリジョンセルガスをコンフィグレーションする

1 [**MassHunter データ測定ワークステーション機器コントロール**] パネルで [**機器**] > [**コンフィグレーション**] を選択します。

2 [**モジュール**] タブを選択して画面を開きます。図 11 を参照してください。

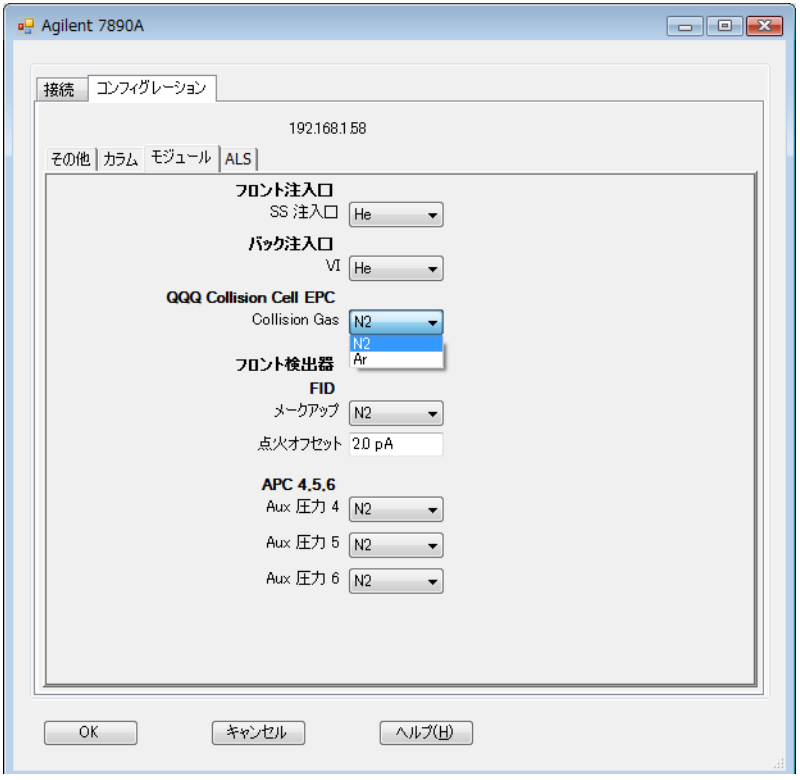


図 11 コリジョンセルガスのコンフィグレーション

3 [**QQQ コリジョンセル EPC**] ドロップダウンメニューで、コリジョンセルガスを選択します。

4 [**OK**] ボタンをクリックしてコンフィグレーションを保存します。

コリジョンセルガスの流量を設定する

1　[MassHunter データ測定ワークステーション**機器コントロール**] パネルで [**機器**] > [**GC パラメータ**] を選択します。

2　[**CFT**] アイコンをクリックして [**CFT**] 画面を開きます。図 12 を参照してください。

3　説明リストから [**QQQ コリジョンセル EPC**] を選択します。

4　適切なフィールドに必要なガス流量を入力します。

注記

ヘリウムは、キャリアガスとしても使用されている場合、コリジョンセルではクエンチングガスとしてしか使用できません。水素ガスがキャリアガスとして使用されていた場合は、コリジョンセルへのヘリウム流入をオフにして、ヘリウム流入ラインから漏れないように密栓します。

5　He クエンチングガスフローを使用するには、[**He クエンチングガスオン**] チェックボックスをクリックします。N2 コリジョンガスフローを使用するには、[**N2 コリジョンガスオン**] チェックボックスをクリックします。

6　[**適用**] をクリックして設定値をダウンロードするか、[**OK**] をクリックして設定値をダウンロードしてからウィンドウを閉じます。

7　新規の設定をメソッドの一部とするには、[**メソッド**] メニューから [**メソッドの上書き保存**] を選択します。

図 12　コリジョンセルガス流速の設定

EI モードで MS をオートチューニングする

MassHunter ワークステーションソフトウェアを使用して MS をチューニングできます。

手順

1 システムを、データを測定する時と同じ状態（GC オーブン温度およびカラム流量、
MS アナライザ温度）に設定します。

2 [**機器コントロール**] パネルで [**MS チューニング**] アイコンをクリックし、[**GC-QQQ チューニング**] ダイアログボックスを表示します。

3 現在のチューニングファイルは [**GC-QQQ チューニング**] ダイアログボックスの左上隅に表示されます。正しいチューニングファイルがロードされていることを確認します。

4 必要に応じて、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**チューニングファイル**] エリアで [**読み込み**] ボタンをクリックして新しいチューニングファイルを読み込みます。チューニングファイルを選択し、[**OK**] ボタンをクリックします。

チューニングファイルはアナライザのイオン源タイプと一致する必要があります。EI イオン源を使用している場合は、EI イオン源用に作成されたチューニングファイルを選択します。

5 [**オートチューニング**] タブをクリックして、標準イオン源の [**EI イオン源**] を選択するか、電圧を変化できる高感度エクストラクタ搭載 EI イオン源を使用している場合は [**エクストラクタ搭載 EI イオン源**] を選択します。

6 システムベント、メンテナンス、停電の後にシステムを再起動する場合は、[**デフォルト設定からチューニング**] チェックボックスを選択します。[**デフォルト設定からチューニング**] ボックスをオフにすると、前回のチューニング値を使用してオートチューニングプロセスが開始します。

7 オートチューニングで生成された新しいチューニングパラメータを保存するには [**完了時にチューニングファイルを保存**] チェックボックスを選択します。新しく生成されたチューニングパラメータを保存する前にオートチューニングレポートを確認する場合には、この項目は選択しません。

8 チューニングレポートを自動的に印刷するには [**オートチューニングレポートの印刷**] チェックボックスを選択します。

9 [**オートチューニング**] ボタンをクリックしてオートチューニングを開始します。[**ステータス**] 行にオートチューニングプロセスの現在のステップ

が表示され、そのステップのチューニング済みのパラメータのプロットが一番上のグラフに表示されます。上のステップで指定した場合、オートチューニングの完了時にチューニングレポートが印刷されます。

自動パラメータ選択が完了する前にオートチューニングを停止するには、[**オートチューニングの中断**] ボタンをクリックします。この場合、最後に正常に実行されたオートチューニングからのパラメータが使用されます。

10 チューニングレポートを確認します。結果が妥当で [**完了時にチューニングファイルを保存**] チェックボックスを選択しなかった場合には、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**保存**] ボタンをクリックしてオートチューニングを保存します。

チューニングに関するさらに詳しい情報については、MassHunter データ測定ワークステーションソフトウェアに添付のマニュアルまたはオンラインヘルプを参照してください。

左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする

左サイドパネルは、フロントアナライザおよびリアアナライザの内部か、アナライザのサイドプレートにアクセスする場合のみ開けます。真空排気、イオン源の洗浄または変更、フィラメントの交換、または EM ホーンを交換する場合に必要になります。左サイドパネルを開く場合は（図 37）、以下の手順に従ってください。

手順

1. アナライザの右側の窓カバーを上から引っ張り、次に下から押して取り外し、窓カバーを外します。このカバーは磁石で保持されています。
2. 左側の窓カバーを静かに引き、左側のパネルを前から下にスライドさせます。

MS を真空排気する

警告　**お使いの MS が本章の導入部で挙げたすべての条件に合うか確認してから、MS を真空排気してください。条件に合っていないと、怪我につながる恐れがあります。**

警告　**キャリアガスとして水素を使用する場合、MS が真空排気されるまでキャリアガスを流入させないでください。真空ポンプがオフの場合、水素が MS に蓄積して爆発が起こる可能性があります。“ 水素の安全性 ” を読んでから、水素キャリアガスで MS を作動させてください。**

手順

1. フロントアナライザの窓カバーを取り外し左パネルを開けて、ベントバルブとアナライザ四重極ドライバボードにアクセスします。62 ページの「左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする」を参照してください。
2. ベントバルブを時計方向に回して途中まで閉め、少し開いた状態にします。
3. 電源コードを、アース処理されたコンセントに差し込みます。
4. 四重極の電源スイッチをオンにし、ローカルコントロールパネルに「Agilent」と表示されるまで待ちます。
5. 正しく密閉されていることを確認するために、前後のアナライザ四重極ドライバボードを軽く押します。四重極ドライバボードの金属ボックスを押してください。

注意　アナライザボードを押している間はフィラメントボードの安全カバーを押さないでください。安全カバーは、そのような圧力に耐えられる設計になっていません。

フォアラインポンプがゴボゴボという音をたてます。この音は 1 分以内に止まるはずです。音が止まらない場合、システム内、おそらくサイドプレートのシール、インターフェースカラムナット、またはベントバルブから大量の空気漏れがあります。

6 MassHunter データ測定プログラムを開始します。四重極が EI イオン源と CI イオン源の両方用にコンフィグレーションされている場合、現在インストールされているイオン源タイプを指定するように求められます。プロンプトが表示されたら、EI イオン源タイプまたは CI イオン源タイプをクリックします。

7 [**機器コントロール**] パネルから [**MS チューニング**] アイコンを選択します。

8 [**マニュアルチューニング**] タブを選択します。

9 [**真空制御**] タブを選択します。

10 [**真空排気**] ボタンをクリックします。

11 PC との通信が確立したら、**[OK]** をクリックします。

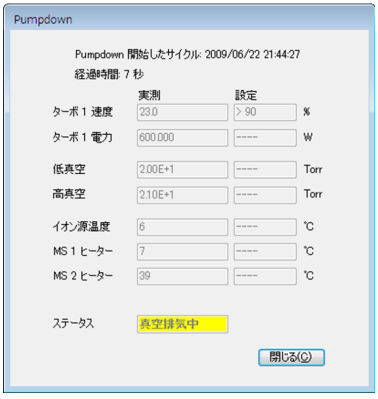


図 13 真空排気

注意

10 ～ 15 分の間に、ターボポンプの速度は 80% に上がるはずです（図 13）。ターボポンプ速度は最終的には 95% に達します。達しない場合、フォアラインポンプは自動的にシャットオフされます。この状態を回復するには MS の電源を切ってすぐに電源を入れ直してください。MS が正常に真空排気しない場合、空気漏れおよび他の真空問題に関するトラブルシューティング情報を参照してください。

注意

キャリアガスを流すまで、全ての GC 加熱部分をオンにしないでください。キャリアガスの流入なしにカラムを加熱すると、カラムに損傷を与えます。

12 ベントバルブからシューという音が聞こえたら、サイドプレートから手を離してベントバルブを閉めます。

13 プロンプトが表示されたら、GC/MS インターフェースヒーターと GC オーブンをオンにします。終わったら [**OK**] をクリックします。ソフトウェアがイオン源と四重極ヒーターをオンにします。温度設定は現在のオートチューニングファイルに保存されます。

14 「**稼動 OK**」のメッセージが表示されたら、MS が熱平衡状態になるまで 2 時間待ちます。MS が熱平衡に達する前に測定されたデータは再現できない場合があります。

15 MS をチューニングします（60 ページの「EI モードで MS をオートチューニングする」または 92 ページの「CI オートチューニングを操作する」を参照してください）。

MS を大気開放する

手順

1 [**機器コントロール**] パネルから [**MS チューニング**] アイコンをクリックします。

2 [**マニュアルチューニング**] タブを選択します。

3 [**真空制御**] タブを選択します。

4 [**ベント**] ボタンをクリックします。

5 GC/MS インターフェースのヒーターおよび GC オーブンの温度を外気（室温）に設定します。

警告 **水素をキャリアガスとして使用している場合、MS の電源をオフにする前にキャリアガスの流入をオフにしておく必要があります。フォアラインポンプがオフの場合、水素が MS 内に蓄積し、爆発する危険性があります。"水素の安全性" を読んでから、水素キャリアガスで MS を作動させてください。**

注意 GC オーブンおよび GC/MS インターフェースが冷却したことを確認してからキャリアガスの流入をオフにしてください。

6 MS の電源スイッチを押してオフにします（図 1 を参照してください）。

7 MS の電源コードを抜きます。

警告 **MS のベント中に、ワークステーションを [機器コントロール] 画面にしないでください。インターフェースヒーターのスイッチが入り温度が上がってしまいます。**

8 アナライザの窓カバーを取り外します（62 ページの「左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする」を参照してください）。

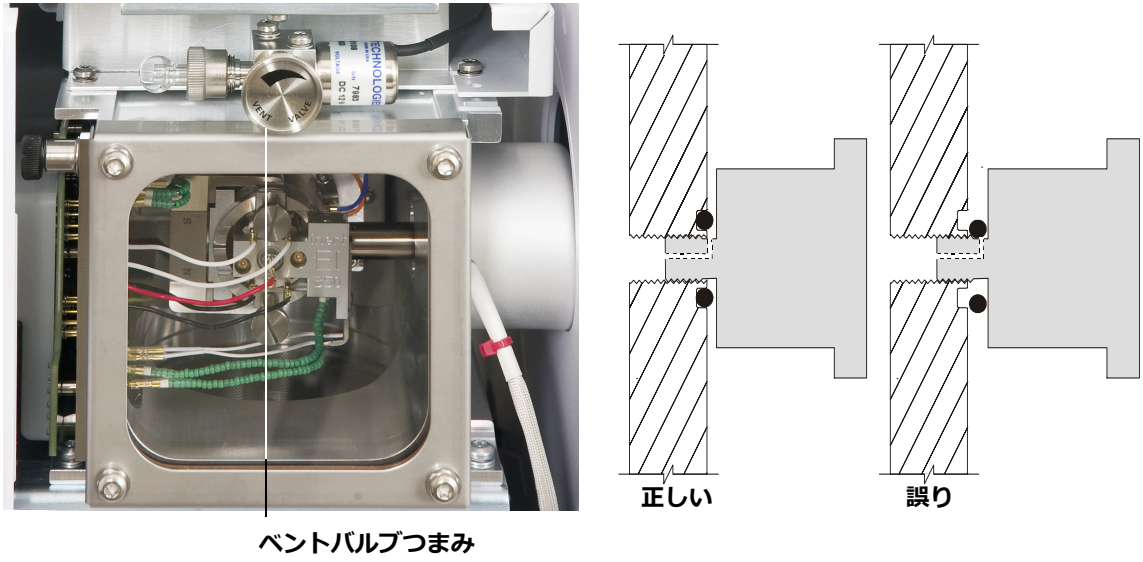


図 14　MS ベントバルブつまみ

9　ベントバルブつまみ（図 14）を 3/4 回転だけ、あるいは空気がアナライザ内に流入するシューという音が聞こえるまで、反時計回りに回してください。

つまみを必要以上に回さないでください。O- リングが溝からずれる可能性があります。真空排気の前に、必ずつまみを締め直してください。

警告　**室温近くまでアナライザを冷却してから触れてください。**

注意　アナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

CI イオン源から EI イオン源へ切り替える

手順

1. MS を大気開放します。66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください。ソフトウェアから適切な操作を行うための指示が表示されます。
2. 左側のアクセスパネルを開きます。62 ページの「左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする」を参照してください。
3. フロントアナライザを開けます。104 ページの「フロントアナライザを開ける」を参照してください。
4. CI インターフェースチップシールを取り外します。134 ページの「CI インターフェースチップシールを取り付ける」を参照してください。
5. CI イオン源を取り外します。123 ページの「CI イオン源を取り外す」を参照してください。
6. EI イオン源を取り付けます。121 ページの「EI イオン源を取り付ける」を参照してください。
7. イオン源の収納箱に CI イオン源とインターフェースチップシールを置きます。

注意 アナライザまたはアナライザの内側にある部品を扱うときは常に清潔な手袋を着用してください。

注意 アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を**取ってから**アナライザを開けます。15 ページの「静電気による MS の損傷」を参照してください。

8. 必要に応じて MassHunter データ測定プログラムを開始し、MS の真空排気を行います（63 ページの「MS を真空排気する」を参照してください）。
9. EI イオン源と CI イオン源の両方用にコンフィグレーションされているシステムでは、真空排気時、MS のイオン源の決定が必要です。EI イオン源を選択します。
10. 使用している EI イオン源タイプに応じて、標準 EI イオン源または高感度 EI イオン源に適したメソッドを読み込みます。

11 [**機器コントロール**] パネルから [**MS チューニング**] アイコンをクリックして [**GC-QQQ チューニング**] ダイアログボックスを表示し、[**オートチューニング**] タブを選択します。

メソッドによって適切な EI イオン源が選択されます。

12 イオン源を変更したので、[**デフォルト設定からチューニング**] チェックボックスを選択します。

13 チューニングレポートを自動的に印刷するには [**オートチューニングレポートの印刷**] チェックボックスを選択します。

14 [**オートチューニング**] ボタンをクリックしてオートチューニングを開始します。オートチューニングの完了時にチューニングレポートが印刷されます。

15 チューニングレポートを確認します。結果が妥当であれば、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**保存**] ボタンをクリックしてオートチューニングを保存します。

MS を移設または保管する

準備するもの

- フェラル、ブランク (5181-3308)
- インターフェースカラムナット (05988-20066)
- 両口スパナ、1/4- インチおよび 5/16- インチ（8710-0510）

手順

1 MS を大気開放します（66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）。

2 カラムを取り外してブランクのフェラルおよび接続ナットを取り付けます。

3 GC から MS を離します（『Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください）。

4 GC/MS インターフェースのヒーターケーブルを GC から引き抜きます。

5 ブランクのフェラルでインターフェースナットを取り付けます。

6 フロントアナライザの窓カバーを取り外し、アナライザのサイドカバーを開きます（62 ページの「左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする」を参照してください）。

7 両方のアナライザのサイドプレートのつまみねじを指で締めます。（図 15 を参照してください）。

注意 サイドプレートのつまみねじを締めすぎないでください。締めすぎると真空マニフォールドのねじ山をつぶす場合があります。また、サイドプレートがゆがんで漏れの原因となることがあります。

8 MS 電源コードを差し込みます。

9 MS のスイッチを入れて大まかに真空にします。ポンプのシューという音が聞こえたら、ベントバルブを閉め、2 ～ 3 分待ちます。

10 MS のスイッチを切ります。

11 アナライザカバーを閉め、フロントアナライザの窓カバーを戻します。

12 LAN、リモート、および電源の各ケーブルを切り離します。

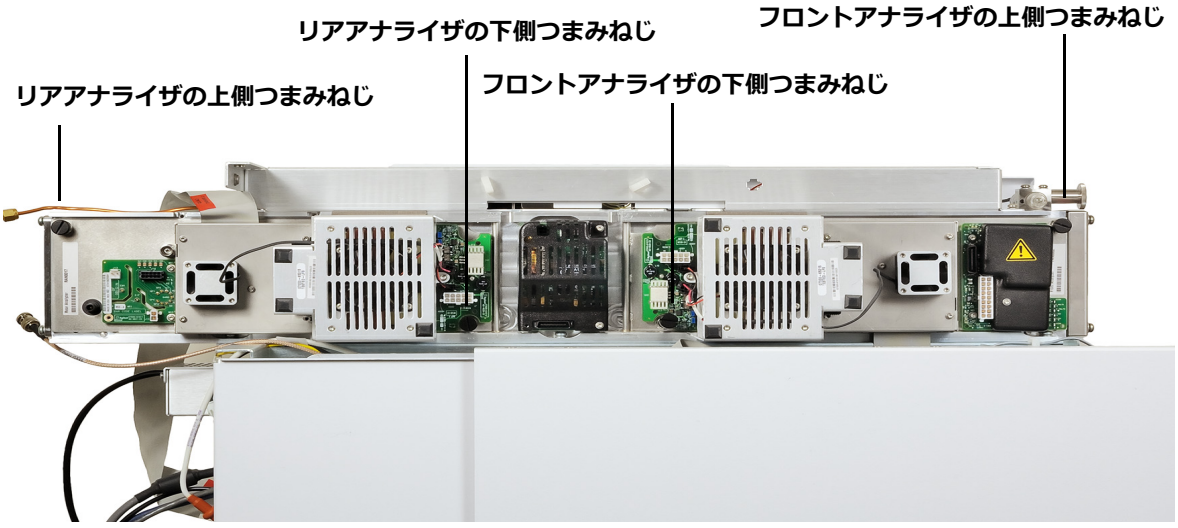


図 15　サイドプレートのつまみねじ

MS は、保管または移設できます。フォアラインポンプは、MS と一体となって移設しなければならないので切り離せません。MS は必ず直立の状態を維持し、決して傾いたり転倒したりしないようにしてください。

注意

MS は常に直立の状態でなければなりません。MS を別の場所に輸送する必要がある場合、弊社コールセンターに連絡して梱包や輸送のアドバイスを受けてください。

GC からインターフェースの温度を設定する

インターフェースの温度は GC で直接設定できます。Agilent 7890A GC では、通常 Aux #2 温度が使用されます。詳細は『7890A GC アドバンスドユーザーズガイド』を参照してください。

注意 お使いのカラムの最高使用温度を超えてはなりません。

注意 カラムに損傷を与えないため、キャリアガスがオンになり、カラムから空気が除去されたことを確認してから、GC/MS インターフェースあるいは GC オーブンを加熱してください。

手順

1. **[Aux Temp #]** を押し、インターフェース温度までスクロールします。[**入力**] を押します。
2. [**温度**] までスクロールします。値を入力して、[**入力**] を押します。
3. [**初期時間**] までスクロールします。値を入力して、[**入力**] を押します。
4. [**レート 1**] までスクロールします。**0** を入力してここでプログラムを終わらせるか、または正の値を入力して温度プログラムを作成します。

新しい設定値を GC にメソッドとして保存した場合、[**OK**] を押します。この GC メソッドを MassHunter ワークステーションにアップロードして、GC キーパッドで作成された新しい設定値を MassHunter ワークステーションで保存することもできます。新しいメソッドが読み込まれると、現在の GC のすべての設定値は新しい値で上書きされます。

メソッドを GC に保存する

手順

1. [**メソッド**] を押し、特定のメソッド番号までスクロールします。
2. 選択した番号に新しいメソッドを保管するには [**保管**] および [**オン** / **はい**] を押します。または、メソッドを保存せずに保管されたメソッドのリストに戻るには [**オフ** / **いいえ**] を押します。

   選択した番号のメソッドがすでに存在する場合は、メッセージが表示されます。
3. 既存のメソッドと交換する場合、[**オン** / **はい**] を押してください。メソッドを保存せずに、現在保管されているメソッドリストに戻るには [**オフ** / **いいえ**] を押してください。

3 電子イオン化（EI）モードで操作する

4
化学イオン化（CI）モードの操作

CI モードで操作するように MS を設定する 76
CI GC/MS インターフェイス 77
CI MS を操作する 79
CI モードの高真空圧 80
その他の試薬ガス 81
CI オートチューニング 83
フローコントロールモジュール 85
EI イオン源から CI イオン源へ切り替える 87
試薬ガスフローコントロールモジュールを操作する 89
試薬ガス流量を設定する 91
CI オートチューニングを操作する 92

この章では、化学イオン化（CI）モードでの 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS システムの操作に関する説明と情報を掲載しています。前章の情報の多くも関連しています。

内容の多くはメタンの化学イオン化に関連するものですが、あるセクションでは別の試薬ガスの使用について説明しています。

ソフトウェアには、試薬ガス流量の設定および CI オートチューニングの実行のための手順が含まれています。オートチューニングは、ポジティブ CI (PCI) の場合メタン試薬ガスを、ネガティブ CI (NCI) の場合、メタン、磯ブタン、アンモニア試薬ガスをサポートしています。

CI モードで操作するように MS を設定する

CI モードで操作するように MS を設定するには、汚染と空気漏れを回避するために次のような注意が特に必要です。

- 常に最高純度のメタン（該当する場合はその他の試薬ガスも）を使用する。メタンの純度は少なくとも 99.9995% である必要があります。
- CI モードに切り替える前に、MS が EI モードで正常に稼動することを確認する。
- CI イオン源と GC/MS インターフェイスのチップシールが取り付けられていることを確認する。
- 試薬ガスの配管に空気漏れがないことを確認する。これは PCI モードで判定され、メタンのプレチューニング後に m/z 32 を確認します。
- 試薬ガス注入口ラインにガス清浄器が取り付けられていることを確認する（アンモニアには不必要）。

CI GC/MS インターフェイス

CI GC/MS インターフェイス（図 16）は、MS 内部にキャピラリカラムを通すための加熱されたガイドチューブです。アナライザの右側に、O- リングを使ってねじで固定されており、保護カバーがついています。

インターフェイスの一方の端は、GC の側面を通ってオーブン内部に達します。この端はねじ山状で、ナットおよびフェラルでカラムを接続します。インターフェイスのもう一方の端はイオン源に挿入されます。ガイドチューブの端からキャピラリーカラムが 1 ～ 2 mm 出た状態でイオン化室に達しています。

試薬ガスはインターフェイスから供給されています。インターフェイス アセンブリの先端はイオン化室まで達します。インターフェイスチップシールは先端から試薬ガスが漏れるのを防ぎます。試薬ガスはインターフェイスから入り、キャリアガスおよびサンプルと混合されます。

GC/MS インターフェイスは電気カートリッジヒーターによって加熱されています。通常、ヒーターは、GC の加熱部、Thermal Aux #2 から電源供給され、制御されています。インターフェイス温度は MassHunter ワークステーションまたはガスクロマトグラフから設定できます。インターフェイスのセンサー（熱電対）が温度をモニタします。

このインターフェイスは EI モードでもそのまま使用できます。

インターフェイスは 250 ℃ から 350 ℃ の範囲で設定できます。インターフェイス温度は、この温度範囲内で使用する分析条件の GC オーブン最高温度より、わずかに高く設定しますが、カラムの最高使用温度を超えないように注意してください。

参照

“GC/MS インターフェイスにキャピラリカラムを取り付けるには ”

注意　GC/MS インターフェイス、GC オーブン、または注入口のいずれも、カラムの最高使用温度を超えてはなりません。

警告　**GC/MS インターフェイスは高温で動作します。高温時に触れると火傷を負います。**

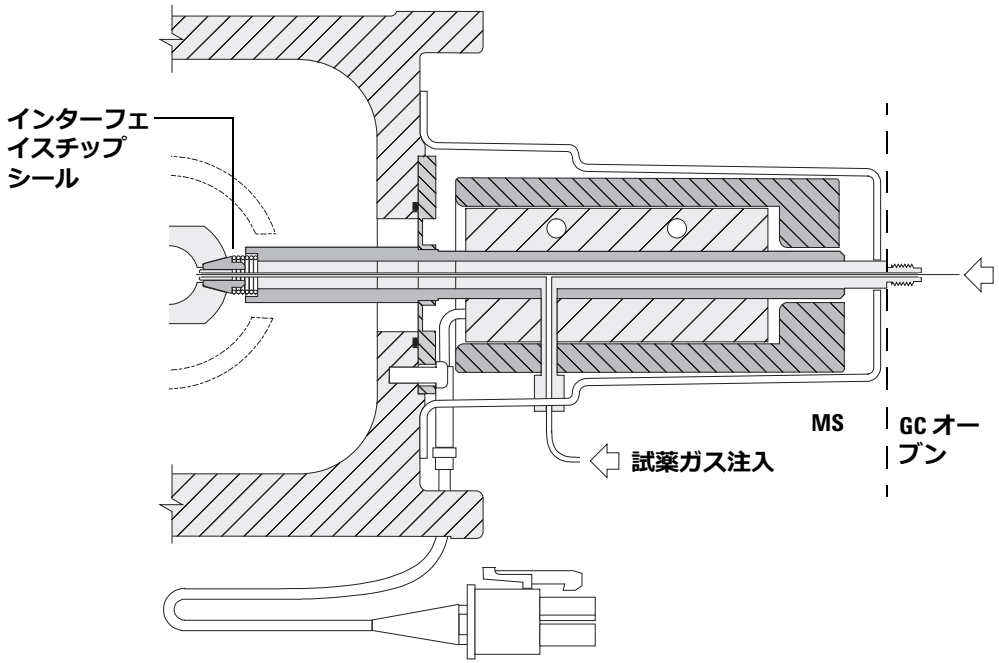


図 16 CI GC/MS インターフェイス

CI MS を操作する

GC/MS を CI モードで動作させるのは、、EI モードより複雑です。チューニング後、ガスフロー、イオン源温度（表 9）、および電子エネルギーを特定の対象化合物に合わせて最適化する必要がある場合があります。

表 9　CI モードでの設定温度

	イオン源	フロントアナライザ	リアアナライザ	GC/MS インターフェイス
PCI	300 °C	150 °C	150 °C	280 °C
NCI	150 °C	150 °C	150 °C	280 °C

CI モードでのシステム開始

システムを開始する際、PCI モードまたは NCI モードで始めることができます。用途に合わせて、システム開始時に次の試薬ガス流量を使用します。

- PCI モードには試薬ガス流量を 20（1 mL/min）に設定
- NCI モードには試薬ガス流量を 40（2 mL/min）に設定

CI モードの高真空圧

CI モードで動作圧力に最も大きな影響を与えるのは、試薬ガスおよびコリジョンセルガスの流量です。表 10 に、コリジョンセルガス流量に対応する、さまざまな試薬ガス流量の代表的な圧力値の一覧を示します。お客様がご自身で使用されるシステムの測定条件を熟知し、ガス流量の違いにおける真空度の変化をモニタしてください。異なる MS での測定では、最大 30% もの相違が生じます。

アナライザの真空と試薬ガス流量の関係

マスフローコントローラ（MFC）はメタン用にキャリブレーションされていて、真空ゲージは窒素用にキャリブレーションされているため、これらの測定は正確ではありませんが、一般的な値の目安を示すものです（表 10）。これらの値は以下の条件の組み合わせで必要とされます。これらは一般的な PCI での温度条件です。

イオン源温度	300 °C
フロント四重極温度	150 °C
リア四重極温度	150 °C
インターフェイス温度	280 °C ～ 320 °C
ヘリウムキャリアガス流量	1 mL/ 分

表 10 試薬ガス流量での典型的なアナライザ真空

	コリジョンセルガスフローオン N2 = 1.5, He = 2.25		コリジョンセルガスフローオフ	
MFC (%)	**低真空**	**高真空**	**低真空**	**高真空**
10	1.77×10^{-1}	7.15×10^{-5}	1.33×10^{-1}	2.56×10^{-6}
15	1.86×10^{-1}	7.19×10^{-5}	1.43×10^{-1}	3.00×10^{-6}
20	1.94×10^{-1}	7.23×10^{-5}	1.53×10^{-1}	3.45×10^{-6}
25	2.02×10^{-1}	7.27×10^{-5}	1.63×10^{-1}	3.86×10^{-6}
30	2.10×10^{-1}	7.31×10^{-5}	1.71×10^{-1}	4.30×10^{-6}
35	2.18×10^{-1}	7.39×10^{-5}	1.80×10^{-1}	4.76×10^{-6}
40	2.25×10^{-1}	7.43×10^{-5}	1.88×10^{-1}	5.18×10^{-6}

その他の試薬ガス

本節では、試薬ガスとしてイソブタンまたはアンモニアを使用する場合の説明をします。他の試薬ガスを使用する前に、最初に、メタン試薬ガスで CI の装備されている 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS してください。

注意　試薬ガスとして亜酸化窒素を使用しないでください。フィラメントの寿命を著しく短くします。

メタンからイソブタンまたはアンモニアのどちらかに試薬ガスを変更すると、イオン化プロセスの化学反応が変化し別のイオンが生じます。発生する主な化学イオン化反応の概要については、付録 A、化学イオン化理論で説明しています。化学イオン化の経験がない場合、上記の付録 A を読んでから次に進むことをお勧めします。

イソブタン CI

イソブタン（C_4H_{10}）は、一般的に化学イオン化スペクトルでフラグメンテーションを少なくする必要がある場合の化学イオン化に使用されます。これは、イソブタンのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

付加反応およびプロトン転移は、イソブタンで最もよく起こるイオン化メカニズムです。サンプルそのものが、最優先されるメカニズムに影響を与えます。

アンモニア CI

一般に、アンモニア（NH_3）は、化学イオン化でスペクトルをあまりフラグメント化したくないときに使用されます。これは、アンモニアのプロトン親和力がメタンより高いためです。このため、イオン化反応で変換されるエネルギーが少なくなります。

対象の化合物の多くがプロトンの親和力が不十分なため、アンモニアの化学イオン化スペクトルは、NH_4^+ の付加と、その後、場合によっては水脱離が起こります。アンモニア試薬イオンスペクトルは、NH_4^+、$NH_4(NH_3)^+$、および $NH_4(NH_3)_2^+$ に対応する m/z 18、35、52 の主要イオンを持ちます。

注意　アンモニアを使用すると、MS のメンテナンスにより多くのものが要求されます。詳細については、5 章「通常のメンテナンス」を参照してください。

注意　アンモニアガスの圧力は 5 psig 未満にしてください。これより高い圧力ではアンモニアが気体から液化します。

アンモニアボンベは、流量モジュールより低い位置で垂直に保ってください。アンモニアを供給する配管は、缶あるいはボトルに使用して、垂直にコイル状のに巻いてください。これにより液体状のアンモニアが流量モジュールに入らないようになります。

アンモニアは真空ポンプのオイルやシールを破壊させます。アンモニア CI では、頻繁に真空システムのメンテナンスを実施する必要があります（『Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください。）

注意　1 日に 5 時間以上アンモニアを流す場合、ポンプシールへの損傷を最小限にするため、フォアラインポンプは少なくても 1 日 1 時間、バラスト（空気で勢いよく流す）させなければなりません。アンモニアのフロー後は、常にメタンで MS をパージします。

5% のアンモニアと 95% のヘリウム、または 5% のアンモニアと 95% メタンを混合したものが、CI 試薬ガスとしてよく使用されます。これはアンモニアでの CI に十分で、アンモニアのマイナスの影響を最小限にします。

二酸化炭素 CI

二酸化炭素は CI の試薬ガスとしてよく使用されます。入手しやすさ、安全性の面で大きな利点があります。

CI オートチューニング

試薬ガス流量の設定後、MS のレンズと電子機器をチューニングする必要があります（表 11）。パーフルオロ -5、8- ジメチル -3、6、9- トリオキシドデカン（PFDTD）をキャリブラントとして使用します。真空室全体をあふれさせるのではなく、PFDTD はガスフローコントロールモジュールから使用して GC/MS インターフェイスを通ってイオン化室に直導かれます。

注意　イオン源が EI モードから CI モードに切り替わった後、あるいは他の理由でベントされた後は MS にはチューニング前に最低 2 時間パージまたは焼き出しする必要があります。最適な感度が要求されるサンプルを分析する前には、長めに焼き出しすることをお勧めします。

CI では、チューニングでの性能基準値はありません。CI オートチューニングの完了で、合格です。

オートチューニングの結果で、EM 電圧（電子増倍管電圧）が 2600 V 以上になった場合は、使用するメソッドで「+400」以上の EM 電圧に設定すると、データ測定で十分な感度が得られない場合があります。

注意　必ず EI モードでの MS 性能を確認してから CI モードに切り換えてください。

表 11　試薬ガス設定

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア		EI
イオン極性	プラス	マイナス	プラス	マイナス	プラス	マイナス	N/A
エミッション	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	150 µA	50 µA	35 µA
電子エネルギー	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	150 eV	70 eV
フィラメント	1	1	1	1	1	1	1 または 2
リペラ	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	3 V	30 V
イオンフォーカス	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	130 V	90 V

表 11 試薬ガス設定 （続き）

試薬ガス	メタン		イソブタン		アンモニア		EI
エントランスレンズオフセット	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	20 V	25 V
EM 電圧	1200	1400	1200	1400	1200	1400	1300
シャットオフバルブ	開	開	開	開	開	開	閉
ガス選択	A	A	B	B	B	B	なし
推奨流量	20%	40%	20%	40%	20%	40%	N/A
ソース温度	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	250 °C	150 °C	230 °C
フロント四重極温度	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
リア四重極温度	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C	150 °C
インターフェイス温度	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C	280 °C
オートチューニング	あり	あり	なし	あり	なし	あり	あり

N/A 使用不可。

フローコントロールモジュール

CI 試薬ガスフローコントロールモジュール（図 17 および表 12）は、CI GC/MS インターフェイスへの試薬ガスのフローを制御します。フローモジュールは、マスフローコントローラ（MFC）、ガス選択バルブ、CI キャリブレーションバルブ、シャットオフバルブ、制御エレクトロニクス、配管で構成されます。

バックパネルには、メタン（**CH4**）ともう **2 番目**の試薬ガスの Swagelok 注入口フィッティングがあります。ソフトウェアではこれらをそれぞれ、**ガス A** および**ガス B** と呼びます。2 番目の試薬ガスを使用しない場合、アナライザに空気が入 らないように、もう **2 番目**のフィッティングに密栓をしてください。試薬ガスは 25 ～ 30 psi（170 ～ 205 kPa）で供給します。

シャットオフバルブは、MS のベント中に大気によって、または EI モード時にに PFTBA によってフローコントロールモジュールが汚染されるのを防ぎます。MS モニタでは**オン**を **1**、**オフ**を **0**（表 12 を参照）として示します。

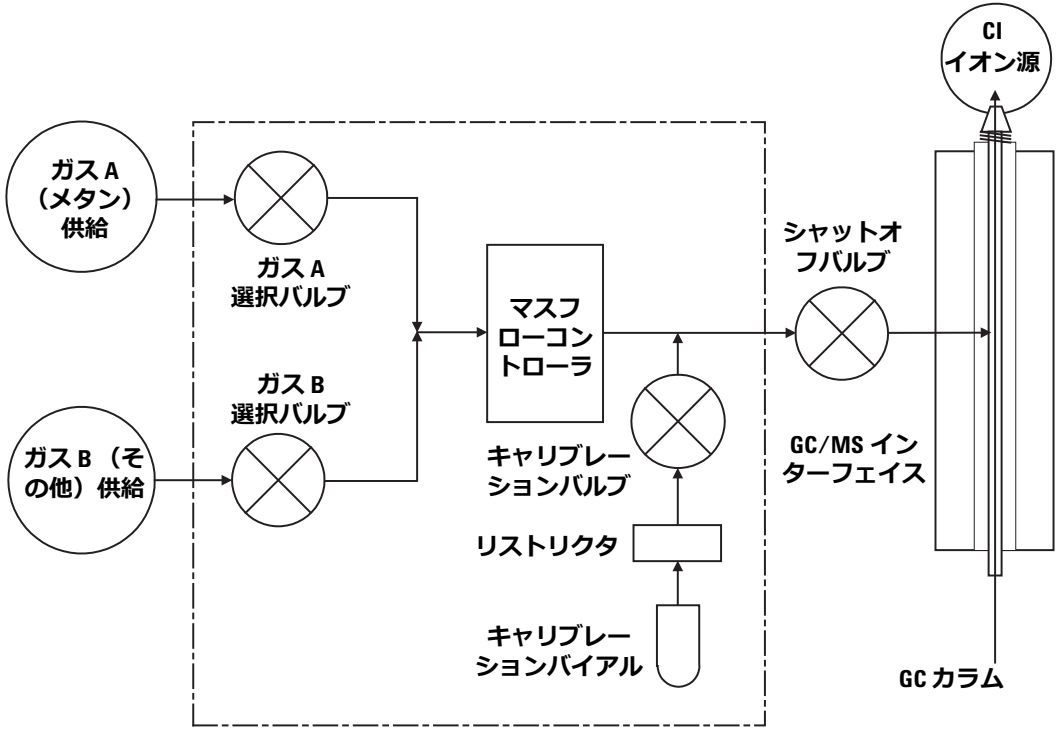


図 17　　試薬ガスフローコントロールモジュール図

表 12 フローコントロールモジュール状態図

結果	ガス A 流量	ガス B 流量	ガス A でパージ	ガス B でパージ	流量モジュール内のポンプアウト	スタンバイ、大気開放、または EI モード
ガス A	開	閉	開	閉	閉	閉
ガス B	閉	開	閉	開	閉	閉
MFC	オン → 設定値	オン → 設定値	オン → 100%	オン → 100%	オン → 100%	オフ →0%
シャットオフバルブ	開	開	開	開	開	閉

モニターでは**開**は **1**、**閉**は **0** で表示されます

EI イオン源から CI イオン源へ切り替える

注意　CI 操作に切り替える前に、常に EI で GC/MS 操作を確認します。

手順

1. MS を大気開放します。66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください。
2. フロントアナライザを開けます。104 ページの「フロントアナライザを開ける」を参照してください。
3. EI イオン源を取り外します。107 ページの「EI イオン源を取り外す」を参照してください。

注意　アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用してください。“ 静電気による MS の損傷 ” を参照してください。静電防止の予防措置を**講じてから**アナライザを開けます。

4. CI イオン源を取り付けます。132 ページの「CI イオン源を取り付ける」を参照してください。
5. インターフェイスチップシールを取り付けます。134 ページの「CI インターフェースチップシールを取り付ける」を参照してください。
6. サイドプレートを閉じます。
7. MS を真空排気します。63 ページの「MS を真空排気する」を参照してください。EI イオン源と CI イオン源の両方用にコンフィグレーションされているシステムでは、真空排気時、MS のイオン源の決定が必要です。CI イオン源を選択します。
8. CI イオン源用の PCI メソッドまたは NCI メソッドを読み込みます。
9. [**機器コントロール**] パネルから [**MS チューニング**] アイコンをクリックして [**GC-QQQ チューニング**] ダイアログボックスを表示し、[**オートチューニング**] タブを選択します。

   メソッドによって、適切な PCI イオン源または NCI イオン源と試薬ガス設定が選択されます。

10 イオン源を変更したので、[**デフォルト設定からチューニング**] チェックボックスを選択します。

11 チューニングレポートを自動的に印刷するには [**オートチューニングレポートの印刷**] チェックボックスを選択します。

12 [**オートチューニング**] ボタンをクリックしてオートチューニングを開始します。オートチューニングの完了時にチューニングレポートが印刷されます。

13 チューニングレポートを確認します。結果が妥当であれば、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**保存**] ボタンをクリックしてオートチューニングを保存します。

表 13 CI オートチューニング用のデフォルトチューニングのコントロール範囲

試薬ガス	**メタン**		**アンモニア**	
イオン極性	プラス	マイナス	プラス	マイナス
アバンダンスターゲット	$1x10^6$	$1x10^6$	N/A	$1x10^6$
ピーク幅ターゲット	0.7	0.7	N/A	0.7
最大リペラ	4	4	N/A	4
最大エミッション電流、µA	240	50	N/A	50
最大電子エネルギー、eV	240	240	N/A	240

表 13 への注記 :

- **N/A** は使用不可の意味です。
- **ターゲットアバンダンス** 必要な信号アバンダンスを得るためアバンダンス値を調整します。信号アバンダンスが高くなるとノイズアバンダンスも高くなります。これは、メソッドに EMV を設定することにより、データ測定用に調整されます。
- **ターゲットピーク幅** ピーク幅値を大きくすると、高い感度が得られ、ピーク幅を小さくすると質量分解能が向上します。
- **最大エミッション電流** NCI のエミッション電流の最大値は化合物によって大きくかわるため、経験的に選択する必要があります。たとえば、農薬分析の場合、エミッション電流の最適値は、約 200 µA です。

試薬ガスフローコントロールモジュールを操作する

手順

1　[**機器コントロール**] パネルで [**MS チューニング**] アイコンを選択し、[**GC-QQQ チューニング**] ダイアログボックスを表示します。[**マニュアルチューニング**] タブの次に [**イオン源**] タブを選択して、イオン源パラメータを表示します。

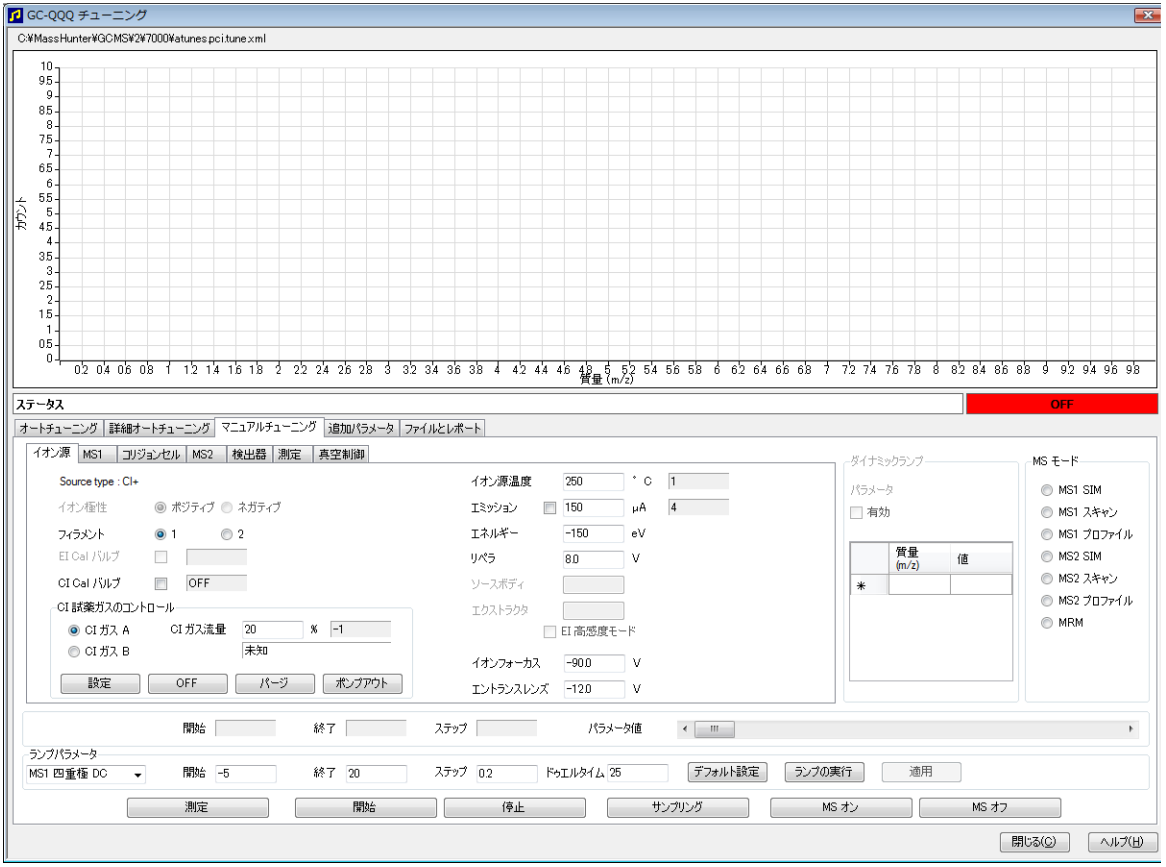


図 18　CI 流量コントロール

2 **[CI 試薬ガスコントロール]** エリアでパラメータを使用して、試薬ガス流量を制御します。

CI ガス A - 試薬ガスとしてメタンを選択します。

CI ガス B - ガスフローコントローラの B 注入口に接続されているガスを試薬ガスとして選択します。

CI ガス流量 - 選択された試薬ガスの最大体積流量の割合を入力します。フローコントローラによって実際に移動した割合がこの入力の横に示されます。推奨値は PCI には 20%、NCI には 40% です。

[設定] ボタン - 選択した試薬ガス供給バルブを開け、試薬ガスの流量を入力した設定値に制御します。

[オフ] ボタン - 試薬ガス流量をオフにします。

[パージ] ボタン - 選択した試薬ガスバルブを 6 分間開け、システムの不要な化合物を排除します。

[ポンプアウト] ボタン - 両方の試薬ガスバルブを 4 分間閉じ、システムから試薬ガスを排出します。ポンプアウトの最後に、選択した試薬ガスバルブが開きます。

試薬ガス流量を設定する

注意　システムを EI モードから CI モードに切り替えた後、なんらかの理由で大気開放した後には、チューニングを実行する前に、MS を少なくとも 2 時間は焼 き出しする必要があります。

注意　MS に空気の漏れまたは大量の水がある場合に CI オートチューニングを継続すると、**重大な**イオン源の汚染が発生します。汚染が発生した場合、***MS をベント***し、**イオン源を洗浄**しなければなりません。

手順

1. [**機器コントロール**] パネルで [**MS チューニング**] アイコンを選択し、[**GC-QQQ チューニング**] ダイアログボックスを表示します。[**マニュアルチューニング**] タブの次に [**イオン源**] タブを選択して、イオン源パラメータを表示します。
2. **[CI 試薬ガスのコントロール]** エリアで、試薬ガスにメタンを使用する場合は **[CI ガス A]** を、試薬ガスに CI 試薬ガスコントローラの B ガス注入口に接続されている試薬ガスを使用するには **[CI ガス B]** を選択します。
3. 試薬ガス流量設定を **[CI ガスの流量]** フィールドに入力します。この値は、最大流量の割合として入力します。推奨流量は、PCI イオン源では 20%、NCI イオン源では 40% です。
4. [**設定**] ボタンをクリックします。[**流量設定**] が表示されます。

   試薬ガスは、設定値の横に表示されている流量でイオン源に流入します。
5. [**ファイルとレポート**] タブをクリックしてから、[**保存**] ボタンをクリックして、現在読み込んでいるチューニングファイルへの変更を保存します。

CI オートチューニングを操作する

注意　必ず EI モードでの MS の動作を確認してから CI モードに切り換えてください。

手順

注意　CI の場合、必要以上にチューニングを行わないでください。チューニング回数を抑えることで、PFDTD のバックグランド値を低く抑え、イオン源の汚染を防ぐことができます。

1　最初に EI モードで MS が正常に動作することを確認します。

2　[**機器コントロール**] パネルから [**MS チューニング**] アイコンをクリックして [**GC-QQQ チューニング**] ダイアログボックスを表示します。

3　必要に応じて、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**チューニングファイル**] エリアで [**読み込み**] ボタンをクリックして新しいチューニングファイルを読み込みます。チューニングファイルを選択し、[**OK**] ボタンをクリックします。

チューニングファイルはアナライザのイオン源タイプと一致する必要があります。CI イオン源では、ポジティブ CI イオン源またはネガティブ CI イオン源で作成したチューニングファイルを選択します。

4　[**オートチューニング**] タブをクリックして、ポジティブ CI イオン源には [**PCI イオン源**] を、ネガティブ CI イオン源には [**NCI イオン源**] を選択します。

5　試薬ガスにメタンを使用する場合には [**メタン**] をクリックし、試薬ガスコントローラの B ポートに接続されているガスを試薬ガスとして使用する場合は [**アンモニア**] をクリックします。

6　チューニングのログファイルと関連データファイルが必要な場合、[**ファイルとレポート**] タブと [**ログファイル**] セクションをクリックし、[**参照**] ボタンをクリックしてログ用のディレクトリとファイルを作成します。必要なログファイルとデータファイルのチェックボックスをクリックします。

7　[**マニュアルチューニング**] タブをクリックし、[**イオン源**] タブを選択します。[**CI 試薬ガス**] セクションで、試薬ガスに [**CI ガス A**] または [**CI ガス**

B] を選択し、[**CI ガス流量**] に PCI イオン源には 20%、NCI イオン源には 40% と入力します。[**オートチューニング**] タブをクリックしてオートチューニングに戻ります。

8 システムベント、メンテナンス、停電の後にシステムを再起動する場合は、[**デフォルト設定からチューニング**] チェックボックスを選択します。[**デフォルト設定からチューニング**] ボックスをオフにすると、前回のチューニング値を使用してオートチューニングプロセスが開始します。

9 オートチューニングで生成された新しいチューニングパラメータを保存するには [**完了時にチューニングファイルを保存**] チェックボックスを選択します。新しく生成されたチューニングパラメータを保存する前にオートチューニングレポートを確認する場合には、この項目は選択しません。

10 チューニングレポートを自動的に印刷するには [**オートチューニングレポートの印刷**] チェックボックスを選択します。

11 [**オートチューニング**] ボタンをクリックしてオートチューニングを開始します。[ステータス] 行にオートチューニングプロセスの現在のステップが表示され、そのステップのチューニング済みのパラメータのプロットが一番上のグラフに表示されます。上のステップで指定した場合、オートチューニングの完了時にチューニングレポートが印刷されます。

自動パラメータ選択が完了する前にオートチューニングを停止するには、[**オートチューニングの中断**] ボタンをクリックします。この場合、最後に正常に実行されたオートチューニングからのパラメータが使用されます。

12 チューニングレポートを確認します。結果が妥当で [**完了時にチューニングファイルを保存**] チェックボックスを選択しなかった場合には、[**ファイルとレポート**] タブをクリックし、[**保存**] ボタンをクリックしてオートチューニングを保存します。

4　化学イオン化（CI）モードの操作

5 通常のメンテナンス

始める前に 96
真空システムをメンテナンスする 101
アナライザをメンテナンスする 102
フロントアナライザを開ける 104
EI イオン源を取り外す 107
標準 EI イオン源を分解する 110
EI エクストラクタイオン源を分解する 112
EI イオン源を洗浄する 114
標準 EI イオン源を組み立てる 118
EI エクストラクタイオン源を組み立てる 119
EI イオン源を取り付ける 121
CI イオン源を取り外す 123
CI イオン源を分解する 126
CI イオン源を洗浄する 128
CI イオン源を組み立てる 130
CI イオン源を取り付ける 132
CI インターフェースチップシールを取り付ける 134
フィラメントを取り外す 136
フィラメントを取り付ける 138
イオン源からサイドボードへの配線を取り付ける 139
フロントアナライザを閉める 143
左後ろカバーを取り外してリアアナライザにアクセスする 144
リアアナライザを開ける 146
EM ホーンを交換する 149
リアアナライザを閉じる 151

始める前に

MS で必要なメンテナンスの大半はお客様が実行できます。安全のため、本章に書かれていることをすべて読んでから、メンテナンス作業を行ってください。

メンテナンススケジュール

通常のメンテナンス作業は、表 14 に記載されています。これらの作業を定期的に実行すると、稼働上の問題を減らし、システムの寿命を延ばし、全体コストを軽減できます。

システムのパフォーマンス（チューニングレポート）と、施したメンテナンス作業を記録してください。それにより、不具合発生時の対応が容易になります。

表 14 メンテナンスのスケジュール

作業	毎週	6 か月ごと	毎年	随時
MS のチューニング				X
フォアラインポンプのオイルレベルを確認	X			
キャリブレーションバイアルの確認		X		
フォアラインポンプのオイル交換*		X		
フォアラインポンプの確認				X
イオン源の洗浄				X
GC および MS のキャリアガストラップの確認				X
消耗部品の交換				X
サイドプレートやベントバルブの O- リングへのグリースアップ†				X
GC ガス配管の交換				X

* または必要に応じて

† サイドプレートの O- リングとベントバルブの O- リング以外の真空シールには、グリースアップする必要はありません。他のシールにグリースアップすると、正常に機能しなくなることがあります。

工具および消耗品

必要な工具および消耗品は、GC のシッピングキット、MS のシッピングキット、MS のツールキットに入っています。その他のものは、お客様にてご用意ください。メンテナンスの各手順には、その手順に必要な用具の一覧が書かれています。

高電圧への注意

MS がコンセントにつながれていると、電源スイッチがオフであっても、電源コードが機器に入っている場所と電源スイッチの間にある配線やヒューズには危険な電圧（AC120 V、または、AC200/240 V）が残留している可能性があります。

電源スイッチがオンになっている時、以下にコンセントからの電圧が供給されている可能性があります。

- 電子回路基板
- トロイド変圧器
- 基板間のケーブル
- MS のバックパネルにある基板とコネクタの間のケーブル
- バックパネルにあるコネクタ（フォアライン電源コンセントなど）

通常、こうした部分はすべて、安全カバーで覆われています。安全カバーが適切な位置にある限り、感電する可能性はありません。

警告

本章の手順で指示されていない限り、MS の電源スイッチがオンになっている状態、電源にプラグが差し込まれている状態でメンテナンスを行わないでください。

本章に書かれている手順のいくつかは、電源スイッチがオンの状態で、MS の内部に触れる必要があります。こうした手順の際に、エレクトロニクスの安全カバーを取り外さないでください。感電の危険を減らすため、手順に従うよう注意してください。

高温部分への注意

MS における多くの部分が、深刻な火傷の原因となるほど高い温度に達したり、そうした温度で稼働しています。そうした部分には以下のものが含まれます。しかしこれらがすべてではありません。

- GC/MS インターフェース
- アナライザ部の部品
- 真空ポンプ

警告 **MS がオンの時、これらの部分に触らないでください。MS をオフにした後、十分な時間がたって冷めてからメンテナンスしてください。**

警告 **GC/MS インターフェースヒーターは通常、GC により制御されています。インターフェースヒーターは、MS がオフであってもオンにでき、高い温度になり危険です。GC/MS インターフェースは断熱されています。オフになった後も、冷却されるまで時間がかかります。**

警告 **動作中のフォアラインポンプに触れると火傷をする恐れがあります。オプションで、触れないように安全カバーをつけることができます。**

GC の注入口とオーブンも、非常に高い温度で稼働します。これらの部分にも、同じように注意してください。詳細に関しては、GC に備え付けのマニュアルを参照してください。

化学物質の残留

サンプルのほんの一部だけが、イオン源によってイオン化されます。サンプルの大半は、イオン化されることなくイオン源を通過し、真空システムによって吸われます。その結果、フォアラインポンプからの排気には、キャリアガスとサンプルの残留物が含まれます。排気にはフォアラインポンプオイルの細かい粒子も含まれます。

オイルトラップは、標準のフォアラインポンプに付いています。このトラップは、ポンプオイルの細かい粒子だけを止めます。その他の化学物質はトラップされません。有毒な溶媒を使用したり、有毒な化学物質を分析している場合、このオイルトラップは使用しないでください。ホースを取り付けて、フォアラインポンプからの排気を、屋外や屋外排出用の換気ドラフトに排出してください。そのためにはオイルトラップを取り外す必要があります。地域の大気汚染に関する規制に必ず従ってください。

警告 **オイルトラップは、フォアラインポンプオイルのみを止めます。有毒な化学物質を止めたり除去することはありません。有毒な溶媒を使用したり有毒な化学物質を分析する場合、オイルトラップを取り外してください。**

フォアラインポンプのオイルには、分析されたサンプルの残留物が含まれます。使用されているポンプのオイルはすべて、危険だとみなして扱う必要があります。使用済みのオイルは、地域の規制で指定されている通り処理してください。

警告　**ポンプのオイルを交換する際は、適切な耐化学物質手袋と安全メガネを着用してください。決してオイルに触れないようにしてください。**

イオン源の洗浄

CI モードでの MS を操作すると、イオン源の洗浄がより頻繁に必要になります。CI にはより高いイオン源圧が必要であるために、CI モードではイオン源室が EI 操作より早く汚染されます。

警告　**危険な溶媒を使用するメンテナンス手順は、常に換気ドラフトの下で行ってください。MS はよく換気された部屋で使用してください。**

アンモニア

試薬ガスとしてアンモニアを使用する場合は、フォアラインポンプのメンテナンスの必要性が増します。アンモニアを使用すると、フォアラインポンプのオイルが化学変化しやすくなります。そのため、標準のフォアライン真空ポンプのオイルをより頻繁に確認し、交換する必要が出てきます。

アンモニアの使用後は、常にメタンで MS をパージします。

アンモニアのタンクは縦に置いて取り付けてください。液体アンモニアがフローモジュールに入るのを防ぎます。

静電放電

MS にあるプリント回路基板の部品はすべて、静電気（ESD）で損傷する可能性があります。絶対に必要な場合を除いて、こうした基板に触れないでください。また、配線、接触部、ケーブルも、接続している電子基板に ESD を起こす可能性があります。これは特にマスフィルタ（四重極）およびコリジョンセルと接触しているケーブルに当てはまります。こうしたケーブルは、四重極ドライバボードの傷つきやすい部品に ESD をもたらす可能性があります。ESD による損傷は、すぐに故障の原因にはならないかもしれません。しかし徐々に、MS の性能と安定性を低下させます。

プリント回路基板上や近くで作業する時、または、プリント回路基板と接続している配線、接触部、ケーブルにつながっている部品上で作業する時には、接地された静電防止リストストラップを常に使用し、その他にも静電対策を行ってください。リストストラップは、正しく設置されたアースに接続してください。それが不可能な場合、伝導性（金属の）部分に接続してください。しかし、電子部品、剥き出しのケーブル、コネクタ上のピンと接続しないでください。

MS から取り外した部品やアセンブリを取り扱う場合は、アース処理された静電防止マットのような、静電防止対策を行ってください。これにはアナライザも含まれます。

注意

静電防止リストストラップはサイズが合っている（きつくない）ものを使用してください。ストラップがゆるいと静電防止の役割を果たしません。

静電防止の予防策は、100% 効果的という訳ではありません。電子回路基板になるべく触れないようにし、端にだけ触れてください。部品、絶縁されていないトレース、コネクタやケーブル上のピンには決して触らないでください。

真空システムをメンテナンスする

定期的なメンテナンス

真空システムのメンテナンスには、定期的に行う必要のあるものがあります（Table 14 on page 96 を参照してください）。それには以下のものがあります。

- フォアラインポンプのオイルの確認（毎週）
- キャリブレーションバイアルの確認（6 か月ごと）
- フォアラインポンプオイルの交換（6 か月ごと、または必要に応じて）
- フォアラインポンプのオイルボックスのねじを締める（オイル交換時）
- フォアラインポンプの交換（通常 3 年ごと）

こうした作業がスケジュール通りに実行されないと、機器の性能の低下につながる可能性があります。機器の損傷につながる可能性もあります。

その他の作業

イオン真空ゲージの交換といった作業は、必要な場合のみ実行します。こうしたメンテナンスが必要な場合の症状については、『Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』および MassHunter ワークステーションソフトウェアのオンラインヘルプを参照してください。

その他の情報

真空システムの部品の位置や機能に関する詳細については、『Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください。

本章の手順の大半は、『Agilent GC/MS Hardware User Information & Instrument Utilities』および『7000 Series GC/MS User Information』ディスクのビデオクリップで説明されています。

アナライザをメンテナンスする

スケジュール

アナライザのコンポーネントは、定期的なメンテナンスを必要としません。ただし、MS の動作が示す時期に実行する必要がある作業がいくつかあります。それは以下のようなものです。

- イオン源の洗浄
- フィラメントの交換
- EM ホーンの交換

アナライザのメンテナンスが必要になる場合の症状については、『Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』に記載されています。MassHunter ワークステーションソフトウェアのオンラインヘルプにあるトラブルシューティングの項には、より詳細な情報があります。

メンテナンス時のトラブル防止

清潔

アナライザのメンテナンス中は、コンポーネントを清潔に保ちます。アナライザをメンテナンスするには、アナライザを開けたりアナライザから部品を取り除くことがあります。アナライザのメンテナンス手順では、アナライザまたはアナライザの内部を汚染しないように注意します。アナライザのメンテナンス手順を行う場合は常に、清潔な手袋を着用します。洗浄が終わったら、部品を再び取り付ける前に、完全に焼き出しします。アナライザの部品を洗浄した後は、清潔な柔らかい布以外のところに置いてはいけません。

注意 アナライザのメンテナンスが正しく実行されないと、MS の汚染につながる場合があります。

警告 **アナライザは高温で稼働します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

静電気

アナライザコンポーネントと接続している配線、接触部、ケーブルは、接続している電子基板に静電気（ESD）を起こす可能性があります。これは特にマスフィルタ（四重極）およびコリジョンセルと接触しているケーブルに当てはまります。こうしたケーブルは、四重極ドライバボードの傷つきやすい部品にESD をもたらす可能性があります。ESD による損傷は、すぐに故障の原因にはならないかもしれません。しかし徐々に、性能と安定性を低下させます。詳細は、100 ページの「静電放電」を参照してください。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気は四重極ドライバボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取ってから（100 ページの「静電放電」を参照してください）アナライザを開けます。

支障があってはいけないアナライザ部品

マスフィルタ（四重極）およびコリジョンセルは、定期的なメンテナンスを必要としません。通常、マスフィルタには決して支障があってはなりません。万一極端に汚染されたら洗浄することはできますが、そのような洗浄は必ず弊社カスタマコンタクトセンターにご依頼ください。HED セラミックインシュレータには決して触れてはいけません。

注意

マスフィルタを不適切に扱ったり洗浄すると、マスフィルタを損傷し、機器のパフォーマンスに深刻な悪影響を及ぼす場合があります。HED セラミックインシュレータには触れてはいけません。

その他の情報

アナライザコンポーネントの位置や機能に関する詳細については、『Agilent 7000 シリーズトリプル四重極 GC/MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください。

フロントアナライザを開ける

フロントアナライザを開けるのは、イオン源の洗浄や交換、またはフィラメントの交換の場合のみです。

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- リストストラップ、帯電防止
  - 小（9300-0969）
  - 中（9300-1257）
  - 大（9300-0970）

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気は四重極ドライバボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取ってから（100 ページの「静電放電」を参照してください）アナライザを開けます。

手順

1 MS を大気開放します（48 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）。

2 左サイドパネルを開きます（62 ページの「左サイドパネルを開けてアナライザにアクセスする」を参照してください）。

警告

アナライザ、GC/MS インターフェース、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

注意

アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

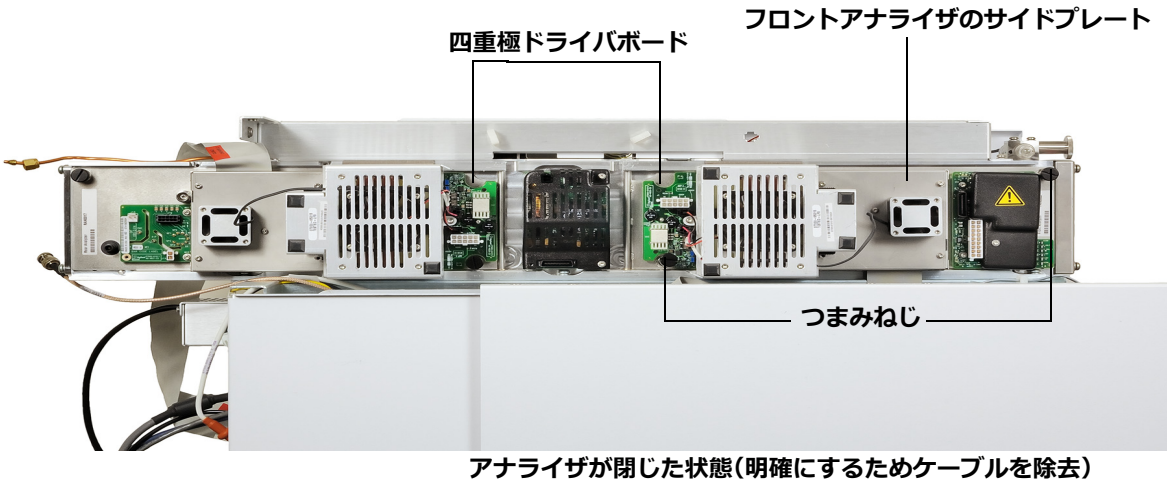
3 フロントアナライザのサイドプレートのつまみねじ（図 19）がきつく締まっている場合、緩めます。

普通に使用する場合、フロントアナライザのサイドプレートの下側のつまみねじは緩めておいてください。輸送の間だけ締めます。前側サイドプレートの上側のつまみねじは、水素または他の、引火性が高いか有毒な物質をキャリアガスとして使用する場合または CI モードの場合にのみ固く締める必要があります。

注意

次のステップで抵抗を感じたら、止めてください。無理やりサイドプレートを開こうとしないでください。MS が大気開放されていることを確認してください。サイドプレートの前側、後ろ側のねじが完全に緩んでいることを確認してください。

4　静かにサイドプレートを外します。



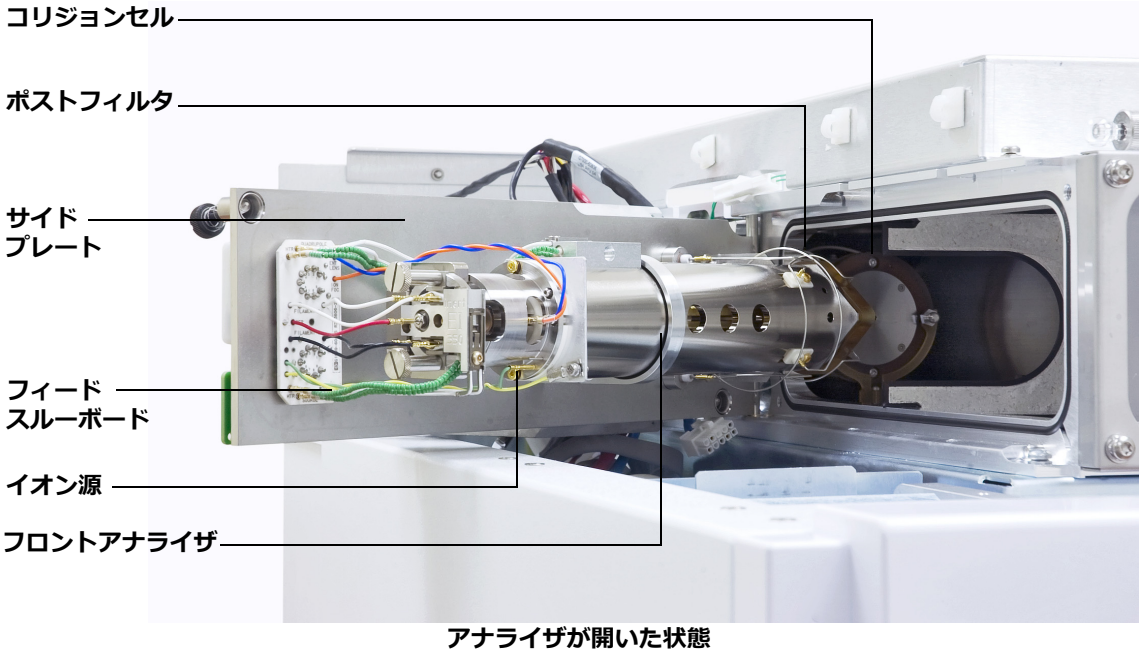


図 19 フロントアナライザ

EI イオン源を取り外す

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1　MS を大気開放します（66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）。

警告　**アナライザ、GC/MS インターフェース、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

注意　アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

2　フロントアナライザを開けます（104 ページの「フロントアナライザを開ける」を参照してください）。

注意　アナライザの部品に触れる前に、静電防止リストストラップを使用し、その他の静電対策を行っていることを確認してください。

注意　ケーブルを引き抜く場合は、コネクタ部分を握って引き抜いてください。

3　イオン源から出ているケーブルを外します。ケーブルを必要以上に曲げないでください（図 20、表 15）。

4 イオン源ヒーターと温度センサーから、フィードスルーボードへ伸びているケーブルをたどります。このケーブルを抜きます（図 20）。

表 15 EI イオン源のケーブル

ワイヤーの色	接続先	リード線の番号	
		エクストラクタ	ドローアウトアセンブリ
ブルー	エントランスレンズ	1	1
オレンジ	イオンフォーカス	1	1
ブラウン	エクストラクタレンズ（高感度 EI イオン源）	1	n/a
ホワイト	フィラメント 1（上部側のフィラメント）	2	2
レッド	リペラ	1	1
ブラック	フィラメント 2（下部側のフィラメント）	2	2
グリーンビーズ	フィードスルーボード（左下）	2	2
ホワイト	フィードスルーボード（中央下）	2	2

5 イオン源を適切な位置に留めているつまみねじを外します。

6 イオン源をラジエータから外します。

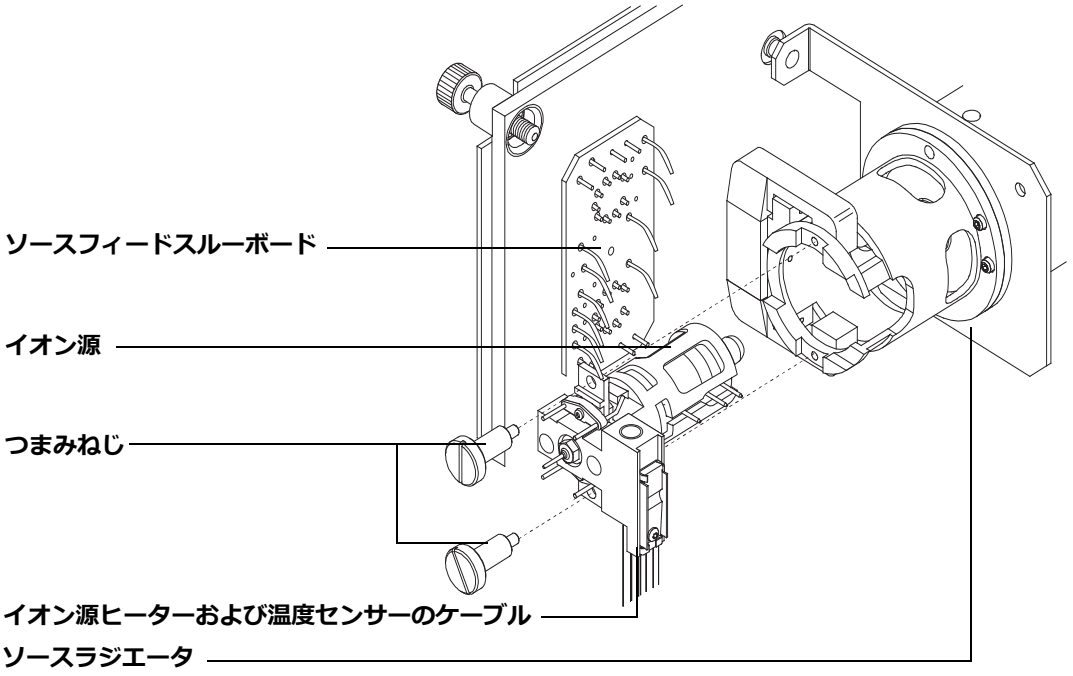


図 20　　EI イオン源を取り外します。

標準 EI イオン源を分解する

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）
- ナットドライバ、5.5 mm（8710-1220）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1 イオン源を取り外します。107 ページの「EI イオン源を取り外す」を参照してください。

2 フィラメントを取り外します。136 ページの「フィラメントを取り外す」を参照してください。

3 2 つのネジを外して、イオン源ヒーターアセンブリをイオン源本体から取り外します。イオン源ヒーターアセンブリは、イオン源ヒーター、リペラ、および関連部品からなります （図 21 を参照してください）。

4 リペラナット、ワッシャ、セラミックインシュレータ、およびリペラを取り外して、リペラアセンブリを分解します （図 21 を参照してください）。

5 インターフェースソケットをイオン源本体から外します。10 mm の両口スパナがインターフェースソケットの平らな面には適切です。

6 レンズをイオン源本体に固定している止めネジを外します。

7 レンズをイオン源本体の外に押し出し、レンズインシュレータ、イオンフォーカスレンズ、ドローアウトプレート、ドローアウトシリンダ、およびエントランスレンズを分離します （図 21 を参照してください）。

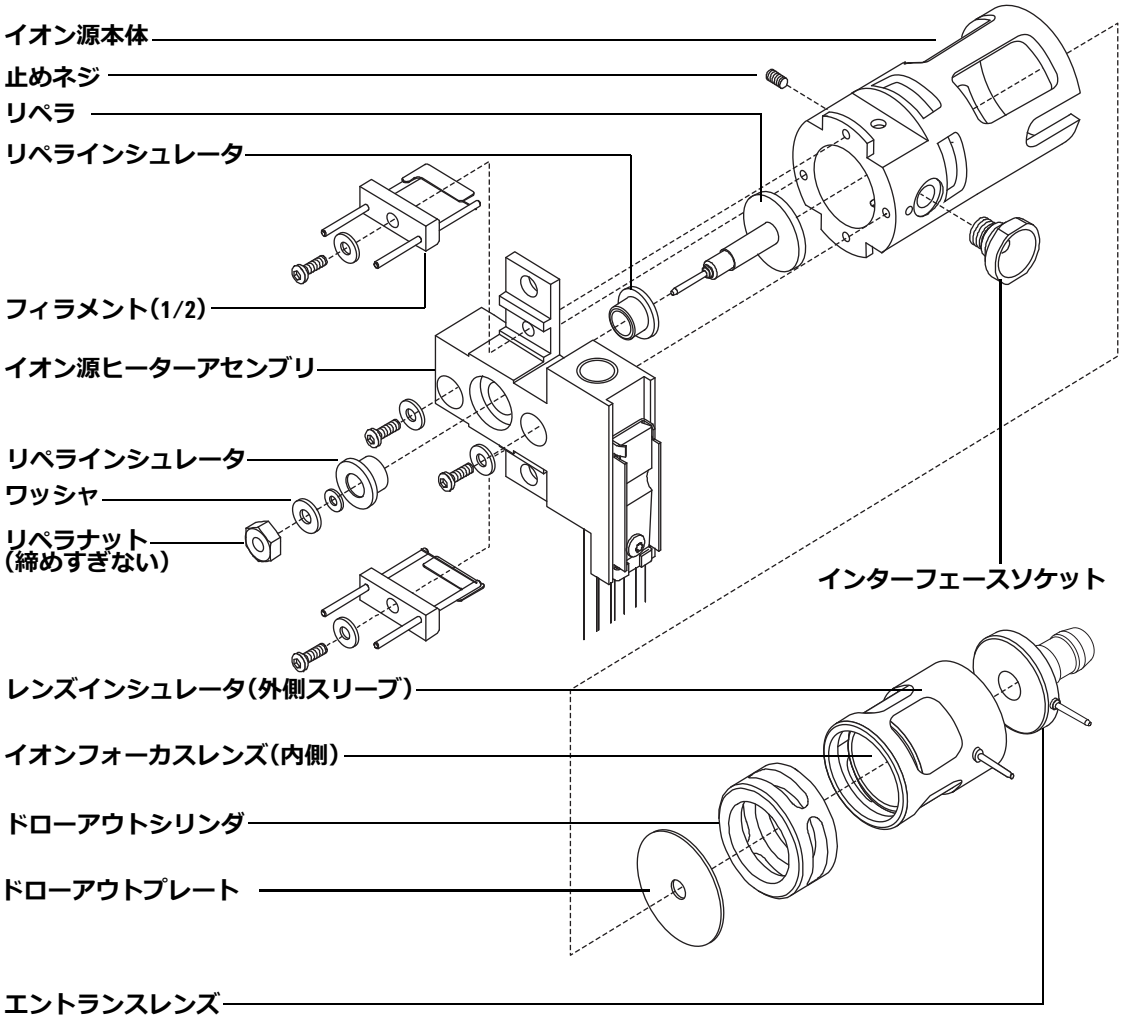


図 21　　標準 EI イオン源の分解

EI エクストラクタイオン源を分解する

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）
- ナットドライバ、5.5 mm（8710-1220）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1 イオン源を取り外します。107 ページの「EI イオン源を取り外す」を参照してください。

2 フィラメントを取り外します。136 ページの「フィラメントを取り外す」を参照してください。

3 2 つのネジを外して、イオン源ヒーターアセンブリをイオン源本体から取り外します。イオン源ヒーターアセンブリは、イオン源ヒーター、リペラ、および関連部品からなります （図 22 を参照してください）。

4 リペラナット、ワッシャ、セラミックインシュレータ、およびリペラを取り外して、リペラアセンブリを分解します （図 22 を参照してください）。

5 インターフェースソケットをイオン源本体から外します。10 mm の両口スパナがインターフェースソケットの平らな面には適切です。

6 レンズをイオン源本体に固定している止めネジを外します。

7 レンズをイオン源本体の外に押し出し、レンズインシュレータ、イオンフォーカスレンズ、エクストラクタレンズ、エクストラクタレンズインシュレータ、およびエントランスレンズを分離します （図 22 を参照してください）。

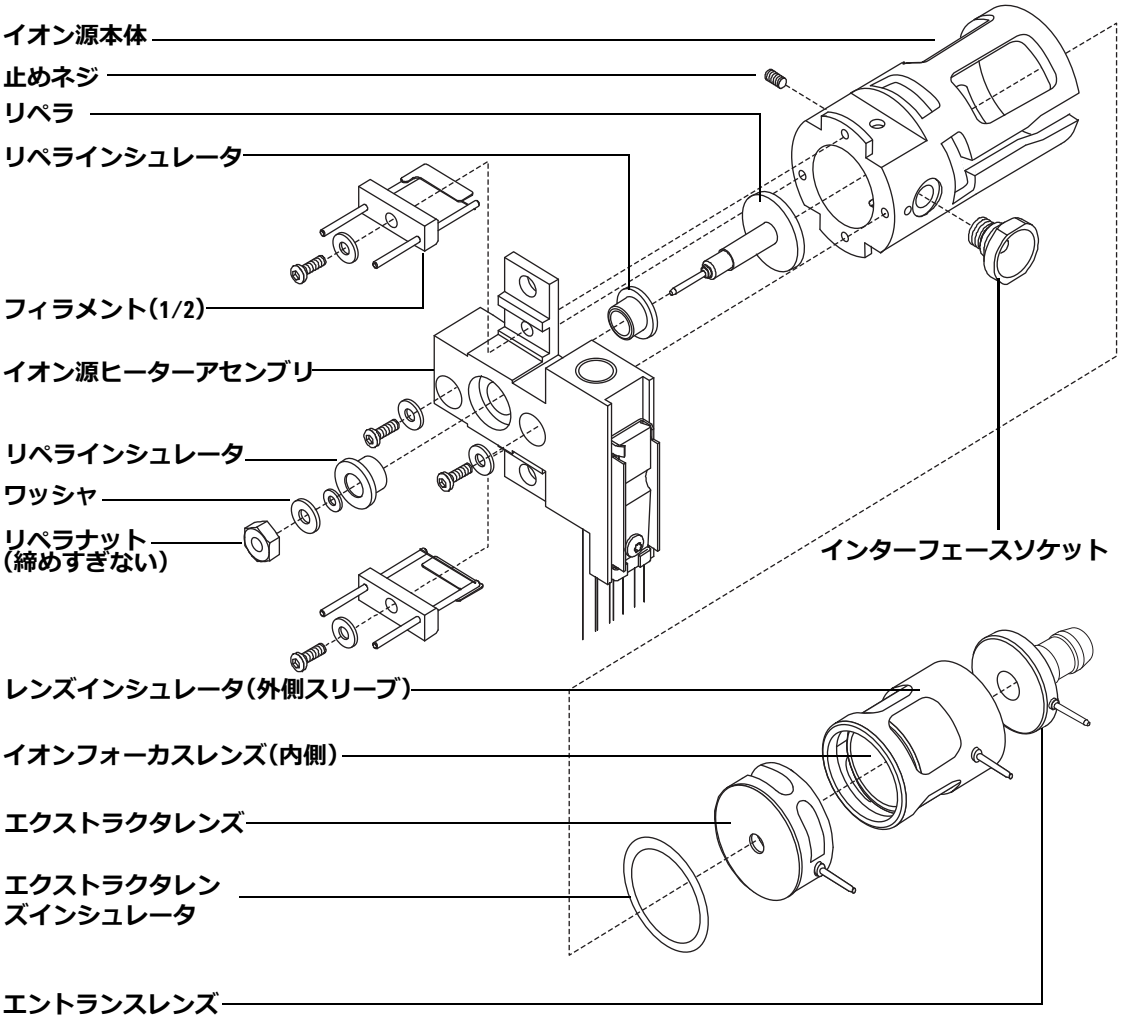


図 22　　EI エクストラクタイオン源を分解する

EI イオン源を洗浄する

準備するもの

- 研磨紙（5061-5896）
- アルミナ質研磨材（8660-0791）
- 清潔なアルミホイル
- 清潔な布地（05980-60051）
- 消毒綿（5080-5400）
- ガラス製ビーカー、500 mL
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 溶媒
  - アセトン、試薬用
  - メタノール、試薬用
  - 塩化メチレン、試薬用
- 超音波浴

準備

1 イオン源を分解します。112 ページの「EI エクストラクタイオン源を分解する」または 110 ページの「標準 EI イオン源を分解する」を参照してください。

2 高感度エクストラクタ EI イオン源を洗浄する場合は、洗浄する次の部品を集めます。(図 23)
   - リペラ
   - イオン源本体
   - エクストラクタレンズ
   - イオンフォーカスレンズ
   - エントランスレンズ

3　標準 EI イオン源を洗浄する場合は、洗浄が必要なのは以下の部品です。(図 24)

- リペラ
- イオン源本体
- ドローアウトプレート
- ドローアウトシリンダ
- イオンフォーカスレンズ
- エントランスレンズ

これらの部品はサンプルまたはイオンビームに接触します。この他の部品は、通常は洗浄を必要としません。

注意

断熱材が汚れている場合は、試薬用メタノールで湿らせた消毒綿で洗浄します。それでも断熱材がきれいにならない場合は、これを交換します。断熱材は、研磨材で、または超音波によって洗浄してはいけません。

図 23　洗浄するエクストラクタ EI イオン源部品

図 24 洗浄する標準 EI イオン源部品

注意 フィラメント、イオン源ヒーターアセンブリ、および断熱材は、超音波で洗浄することはできません。これらのコンポーネントに重大な汚染が起きたら、これらを交換します。

4 オイルがアナライザに逆流するなどの重大な汚染の場合は、汚染された部品の交換を真剣に検討してください。

5 サンプルまたはイオンビームに接触する表面を研磨剤で洗浄します。

アルミナ粉末の研磨用スラリーと試薬用メタノールを消毒綿につけて使用します。十分力を入れて変色をすべて取り除きます。部品は磨く必要はありません。小さな傷がついても性能には影響しません。また、フィラメントからの電子がイオン源本体に入る部分の変色も研磨剤で洗浄します。

6 残留した研磨剤を試薬用メタノールで洗い流します。

残留した研磨剤は、超音波洗浄の前に必ずすべて洗い流します。メタノールが曇ったり粒子が見える場合は、再び洗います。

7 研磨剤により洗浄された部品と、研磨剤で洗浄されていない部品を分離します。

注意

アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

8　次の溶媒の中で、部品を各グループごとに 15 分ずつ超音波洗浄します。

- 塩化メチレン（試薬用）
- アセトン（試薬用）
- メタノール（試薬用）

警告

これらの溶媒はすべて危険です。換気ドラフトの中で作業し、適切な予防措置をすべて取ってください。

9　部品をきれいなビーカーの中に置きます。清潔なアルミホイルで、光沢のない方を下にして、ビーカーをゆるく覆います。

10　洗浄済みの部品を、100 ℃のオーブンで 5 ～ 6 分乾燥させます。

標準 EI イオン源を組み立てる

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）

手順

注意 アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

1. イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、およびレンズインシュレータを組み立てます（図 21）。
2. ドローアウトプレートとドローアウトシリンダをイオン源本体にスライドさせます（図 21）。
3. ステップ 1 で組み立てた部品をイオン源本体にスライドさせます。
4. レンズをレンズ位置に固定する止めネジを取り付けます。

注意 インターフェースソケットを取り付ける時は、締めすぎないでください。締めすぎるとねじ山をつぶす場合があります。

5. インターフェースソケットを再び取り付けます。

注意 取り付け中は、リペラナットを締めすぎないでください。締めすぎると、イオン源が高熱になった時にセラミック製リペラインシュレータが壊れます。ナットは必ず指で締めてください。

6. リペラ、リペラインシュレータ、ワッシャ、およびリペラナットをイオン源ヒーターアセンブリに取り付けて、リペラアセンブリを組み立てます。
7. ネジ 2 個とワッシャ 2 個を使用して、リペラアセンブリをイオン源本体に組み立てます。
8. フィラメントを取り付けます。138 ページの「フィラメントを取り付ける」を参照してください。

EI エクストラクタイオン源を組み立てる

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）

手順

注意　アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

1. イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、およびレンズインシュレータを組み立てます（図 25）。
2. エクストラクタレンズインシュレータをエクストラクタレンズに接続し、イオン源本体にスライドさせます（図 25）。
3. ステップ 1 で組み立てた部品をイオン源本体にスライドさせます。
4. レンズをレンズ位置に固定する止めネジを取り付けます。

注意　インターフェースソケットを取り付ける時は、締めすぎないでください。締めすぎるとねじ山をつぶす場合があります。

5. インターフェースソケットを取り付けます。

注意　取り付け中は、リペラナットを締めすぎないでください。締めすぎると、イオン源が高熱になった時にセラミック製リペラインシュレータが壊れます。ナットは必ず指で締めてください。

6. リペラ、リペラインシュレータ、ワッシャ、およびリペラナットをイオン源ヒーターアセンブリに取り付けて、リペラアセンブリを組み立てます。
7. ネジ 2 個とワッシャ 2 個を使用して、リペラアセンブリをイオン源本体に組み立てます。
8. フィラメントを取り付けます。138 ページの「フィラメントを取り付ける」を参照してください。

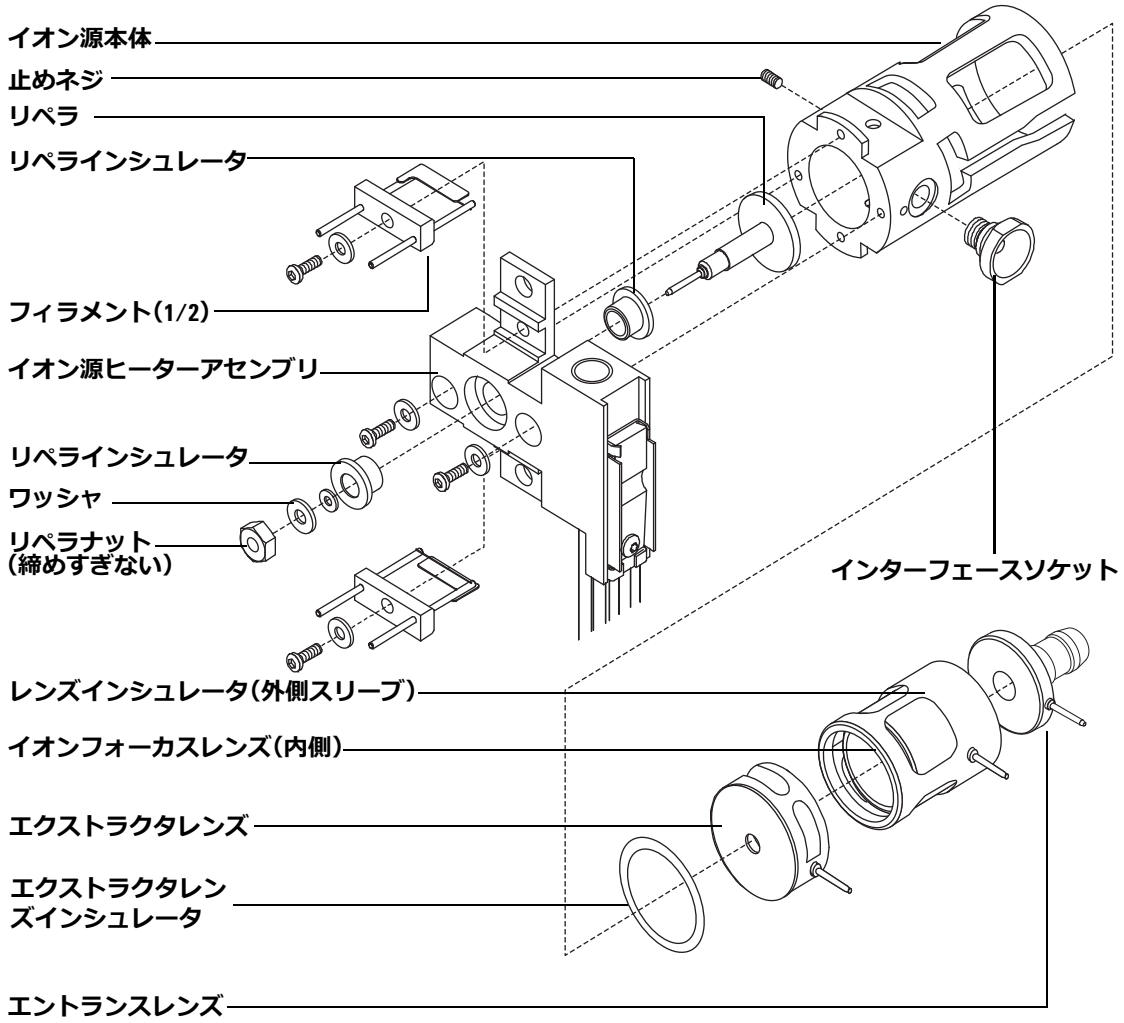


図 25 EI エクストラクタイオン源を組み立てる

EI イオン源を取り付ける

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ピンセット（8710-2460）

手順

注意　アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

1. イオン源を、ソースラジエータの中へ入れます（図 26）。
2. 139 ページの「イオン源からサイドボードへの配線を取り付ける」で示されているように、イオン源のケーブルを接続します。
3. イオン源のつまみねじを取り付け、手で締めます。つまみねじを締めすぎないでください。
4. フロントアナライザを閉じます。143 ページの「フロントアナライザを閉める」を参照してください。
5. MS を真空排気します（63 ページの「MS を真空排気する」を参照してください）。
6. MS をチューニングします（60 ページの「EI モードで MS をオートチューニングする」を参照してください）。

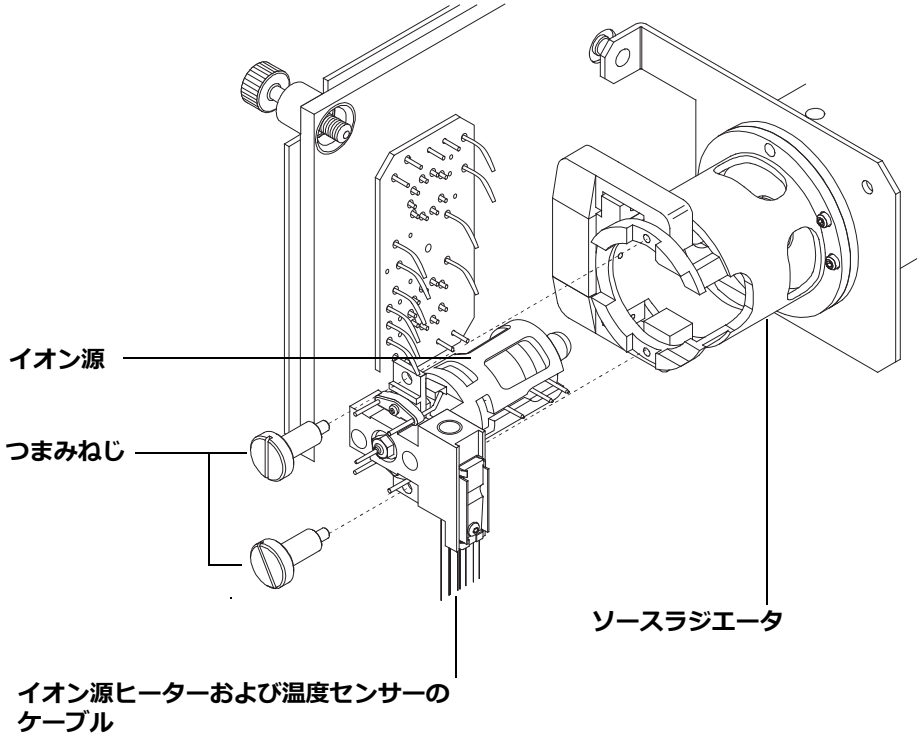


図 26 EI イオン源の取り付け

CI イオン源を取り外す

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1 MS を大気開放します（66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）。

警告 **アナライザ、GC/MS インターフェース、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

注意 アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

2 フロントアナライザを開けます（104 ページの「フロントアナライザを開ける」を参照してください）。

注意 アナライザの部品に触れる前に、静電防止リストストラップを使用し、その他の静電対策を行っていることを確認してください。

注意 ケーブルを引き抜く場合は、コネクタ部分を握って引き抜いてください。

3 イオン源から出ているケーブルを外します。ケーブルを必要以上に曲げないでください（表 16、図 36）。

4 イオン源ヒーターと温度センサーから、フィールドスルーボードへ伸びているケーブルをたどります。このケーブルを抜きます（図 34）。

表 16 CI イオン源のケーブル

ワイヤーの色	接続先	リード線の番号
ブルー	エントランスレンズ	1
オレンジ	イオンフォーカス	1
ホワイト	フィラメント 1（上部側のフィラメント）	2
レッド	リペラ	1
ブラック	フィラメント 2（下部側のフィラメント）	2
グリーンビーズ	フィードスルーボード（左下）	2
ホワイト	フィードスルーボード（中央下）	2
ブラウン	ここでは使用されません	n/a

5 イオン源を適切な位置に留めているつまみねじを外します。

6 イオン源をラジエータから外します。

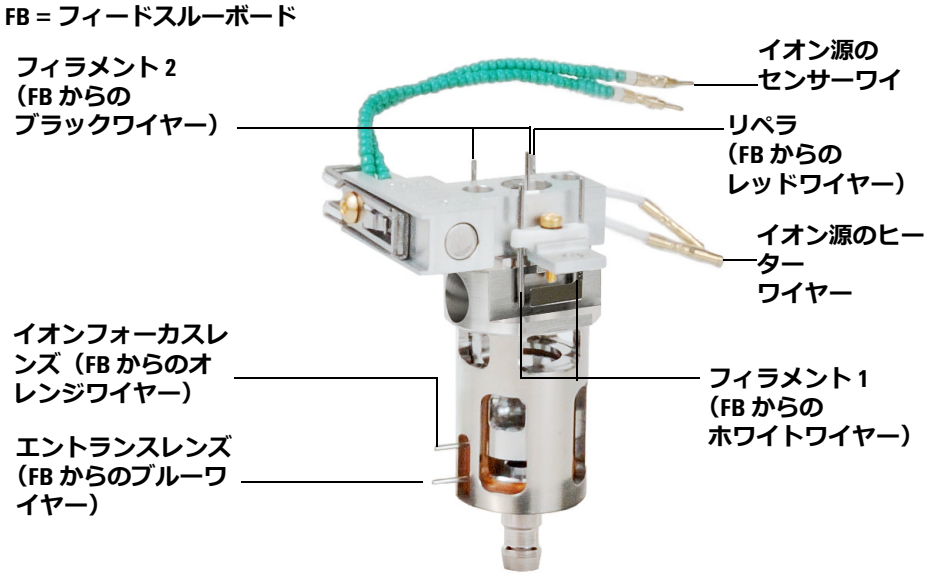


図 27　　CI イオン源のケーブル

CI イオン源を分解する

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）
- ナットドライバ、5.5 mm（8710-1220）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1 CI イオン源を取り外します。123 ページの「CI イオン源を取り外す」を参照してください。

2 フィラメントを取り外します。136 ページの「フィラメントを取り外す」を参照してください。

3 イオン源本体からイオン源ヒーターアセンブリを分離します。イオン源ヒーターアセンブリは、イオン源ヒーター、リペラ、および関連部品からなります （図 28 を参照してください）。

4 リペラからセラミックインシュレータを取り外して、リペラアセンブリを分解します（図 28 を参照してください）。

5 レンズをイオン源本体に固定している止めネジを外します。

6 レンズをイオン源本体の外に押し出し、レンズインシュレータ、イオンフォーカスレンズ、ドローアウトシリンダ、ドローアウトレンズ、およびエントランスレンズを分離します （図 28 を参照してください）。

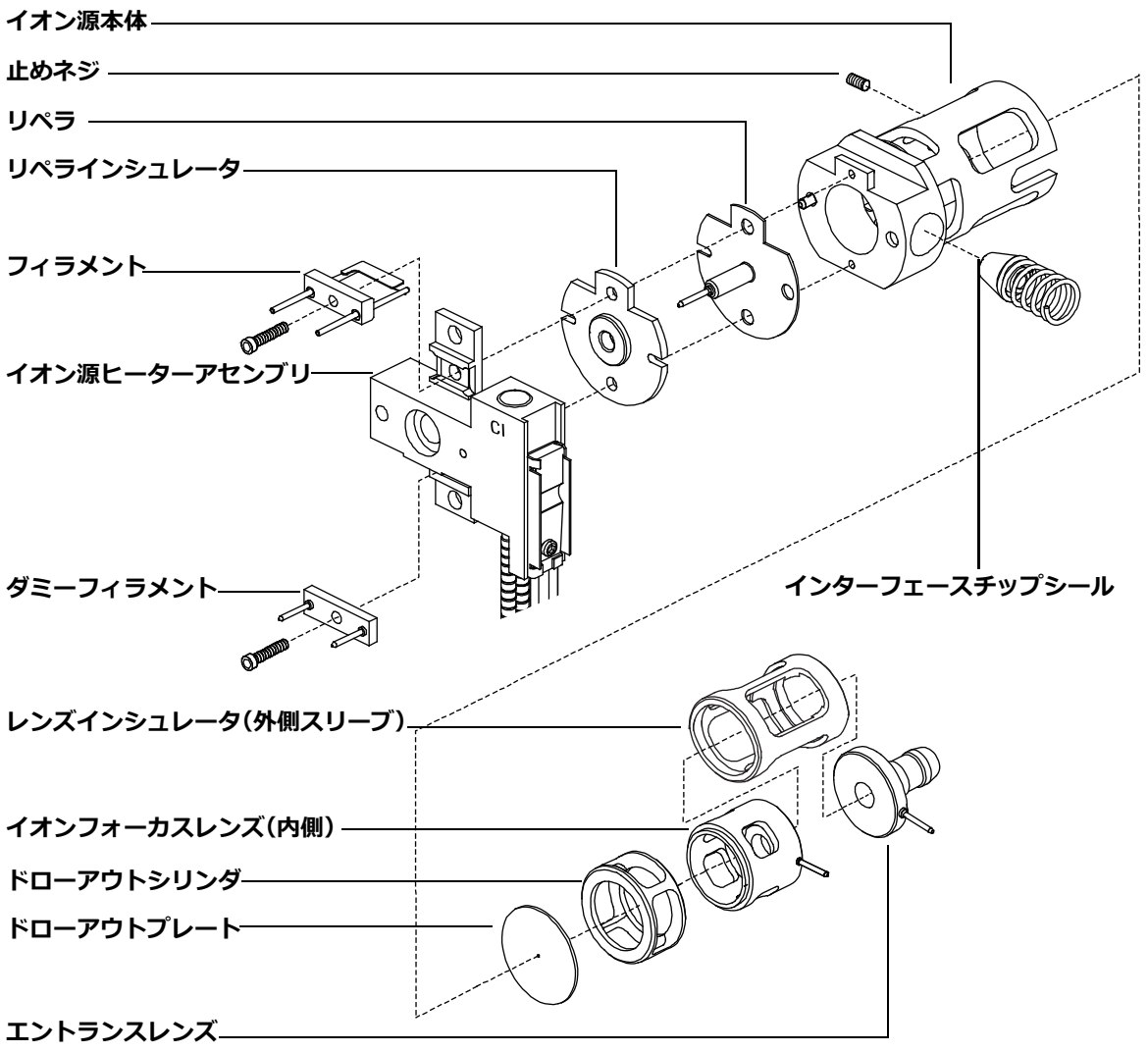


図 28　　CI イオン源の分解

CI イオン源を洗浄する

洗浄頻度

CI イオン源は EI イオン源より大幅に高い圧力で使用するので、EI イオン源より頻繁に洗浄が必要になります。イオン源の洗浄は定期メンテナンス手順ではありません。汚染されたイオン源と思われる操作の異常がある場合には、必ずイオン源を洗浄してください。イオン源の汚染を示す症状については、7000 シリーズトリプル四重極 GCMC トラブルシューティングおよびメンテナンス手順を参照してください。

CI イオン源の汚れ具合については、外観では正確に調べることはできません。CI イオン源の変色がほんのわずかな場合や、変色がまったくない場合でも、洗浄が必要になることがあります。必要性の判断は分析操作で判断できます。

準備するもの

- 研磨紙（5061-5896）
- アルミナ質研磨材（8660-0791）
- 清潔なアルミホイル
- 清潔な布地（05980-60051）
- 消毒綿（5080-5400）
- ガラス製ビーカー、500 mL
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 溶媒
  - アセトン、試薬用
  - メタノール、試薬用
  - 塩化メチレン、試薬用
- 超音波浴

準備

1　CI イオン源を分解します。126 ページの「CI イオン源を分解する」を参照してください。

2　洗浄する部品を集めます (図 29)。

- リペラ
- イオン源本体
- ドローアウトレンズ
- ドローアウトシリンダ
- イオンフォーカスレンズ
- エントランスレンズ

これらの部品はサンプルまたはイオンビームに接触します。この他の部品は、通常は洗浄を必要としません。

図 29　洗浄する CI イオン源の部品

手順

CI イオン源の洗浄は EI イオン源の洗浄とほぼ同一です。以下の例外を除き、“EI イオン源を洗浄する ” の洗浄手順を使用します。

- CI イオン源は汚染されているように見えなくても、化学イオン化による堆積物がある場合、その除去は非常に困難です。CI イオン源を完全に洗浄します。
- 丸い木製の爪楊枝を使用してイオン源本体の電子入口の穴と、ドローアウトプレートのイオン出口の穴を注意して洗浄します。
- ハロゲン化された溶媒は使用しないでください。最後にヘキサンで洗い流します。

注意

CI イオン源の洗浄にハロゲン化された溶媒は使用しないでください。

CI イオン源を組み立てる

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- 六角ボールドライバ、2.0 mm（8710-1804）
- 両口スパナ、10 mm（8710-2353）

手順

注意 アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

1. イオンフォーカスレンズ、エントランスレンズ、およびレンズインシュレータを組み立てます（図 30）。
2. ドローアウトプレートとドローアウトシリンダをイオン源本体にスライドさせます（図 30）。
3. ステップ 1 で組み立てた部品をイオン源本体にスライドさせます。
4. レンズをレンズ位置に固定する止めネジを取り付けます。
5. セラミック製ディスクをリペラに取り付け、イオン源本体の上に配置します。

注意 取り付け中は、リペラナットを締めすぎないでください。締めすぎると、イオン源が高熱になった時にセラミック製リペラインシュレータが壊れます。ナットは必ず指で締めてください。

6. ヒーターブロックアセンブリをイオン源本体上に配置します。
7. 予備フィラメントとフィラメントを止めネジで再度取り付けます。

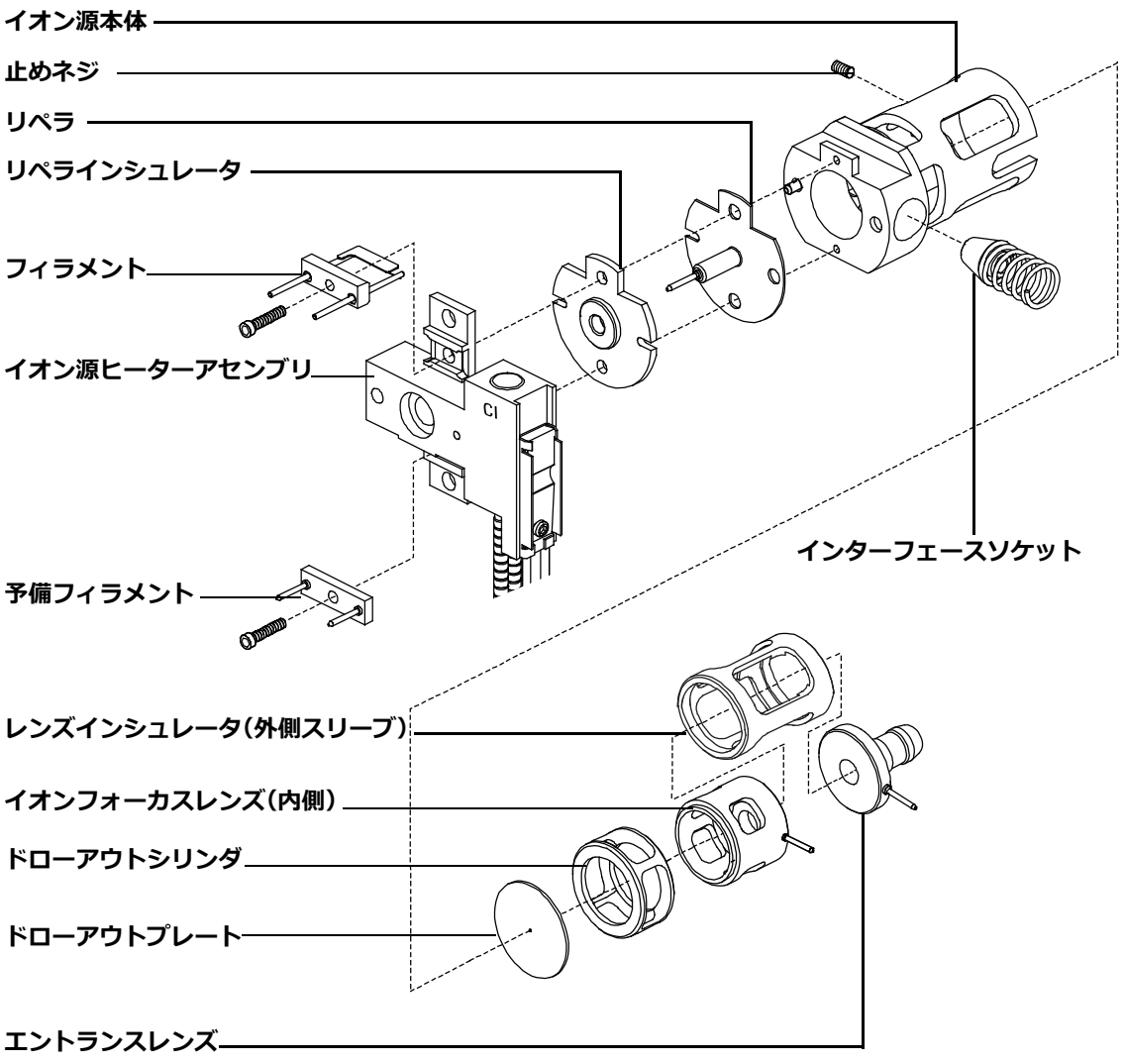


図 30　　CI イオン源を組み立てる

CI イオン源を取り付ける

注意 アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を**講じてから**アナライザを開けてください。

手順

1 MS を大気開放します。page 66 を参照してください。

2 フロントアナライザを開けます。104 ページの「フロントアナライザを開ける」を参照してください。

3 CI イオン源をラジエータにスライドさせます。

4 つまみねじを取り付けます（図 31）。

5 “ イオン源からサイドボードへの配線を取り付ける ” の説明に従って配線を接続します。

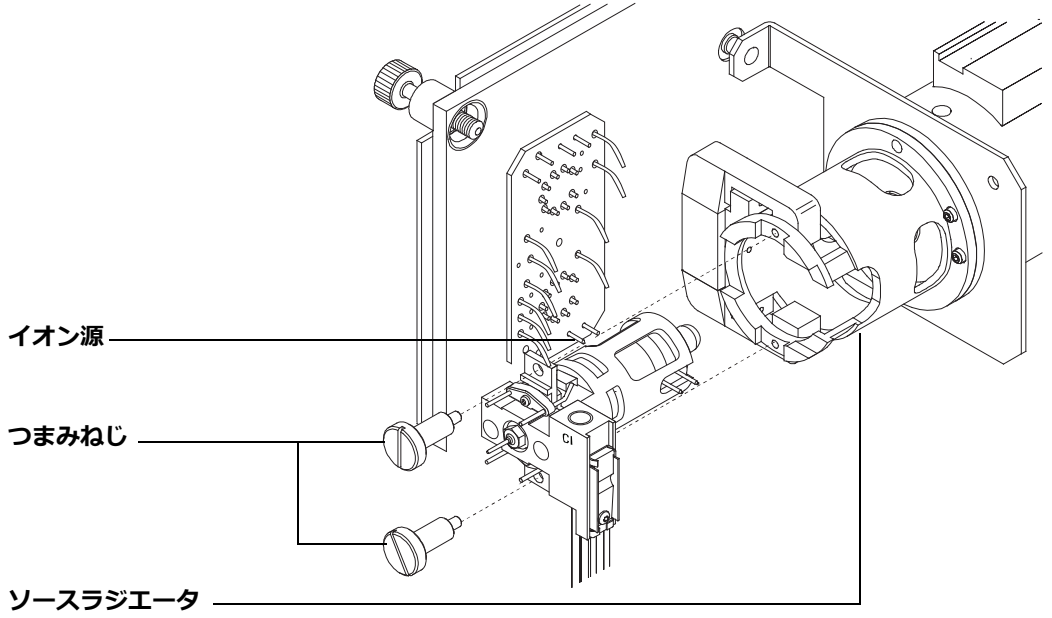


図 31 CI イオン源の取り付け

6　フロントアナライザを閉じます（143 ページの「フロントアナライザを閉める」を参照してください）。

7　MS を真空排気します（63 ページの「MS を真空排気する」を参照してください）。

8　MS をチューニングします（92 ページの「CI オートチューニングを操作する」を参照してください）。

CI インターフェースチップシールを取り付ける

準備するもの

- インターフェースチップシール（G1099-60412）

  CI モードで使用するにはインターフェースチップシールが取り付けられている必要があります。これは、CI に十分なイオン源圧力を得るために必要です。

注意

アナライザのコンポーネントへの静電気はサイドボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を**講じてから**アナライザを開けてください。

手順

1 イオン源の収納箱からシールを取り外します。

2 CI イオン源が取り付けられていることを確認します。

3 インターフェースの端にシールを置きます。シールを取り外すには、上の手順を逆に行います。

4 アナライザとインターフェースの配置を**注意して**確認します。

  アナライザが正しく配置されると、インターフェースチップシールのバネ張力以外には抵抗なく、フロントアナライザを完全に閉めることができます。

注意

これらの部品の位置が適切ではない状態で、無理にアナライザを閉じようとす ると、シール、インターフェイス、イオン源が損傷するか、サイドプレートの 密封が妨げられます

5 サイドプレートを蝶番のところで揺することで、アナライザとインターフェイスの位置を調整することができます。それでもアナライザが閉じない場合は、弊社カスタマコンタクトセンターにお問い合わせください。

6 フロントアナライザを閉じます（143 ページの「フロントアナライザを閉める」を参照してください）。

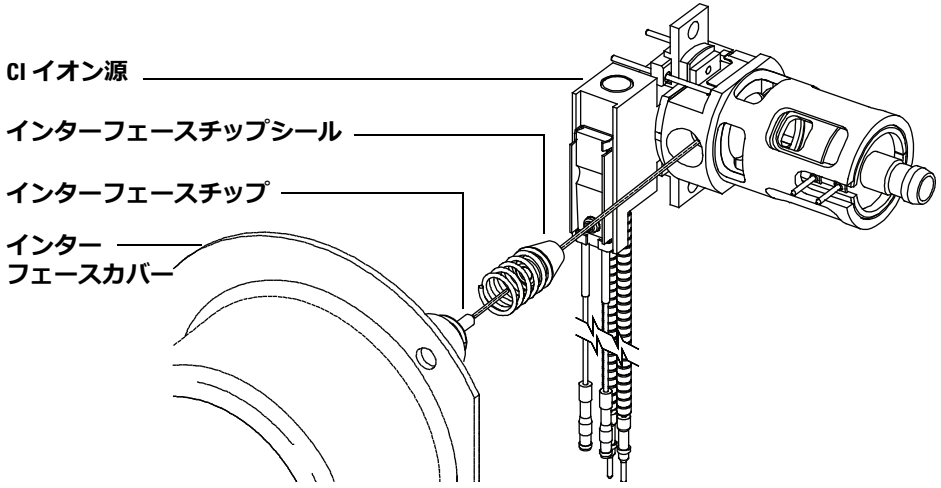


図 32　　CI イオン源チップシール

フィラメントを取り外す

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- 六角ボールドライバ、1.5 mm（8710-1570）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1 MS を大気開放します（48 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）。

注意 アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

2 フロントアナライザを開けます。104 ページの「フロントアナライザを開ける」を参照してください。

3 イオン源を取り外します。107 ページの「EI イオン源を取り外す」または 123 ページの「CI イオン源を取り外す」を参照してください。

4 フィラメントをイオン源本体に固定しているネジを外します （図 33 を参照してください）。

5 フィラメントをイオン源アセンブリからスライドさせて外します （図 33 を参照してください）。

警告 **アナライザ、GC/MS インターフェース、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

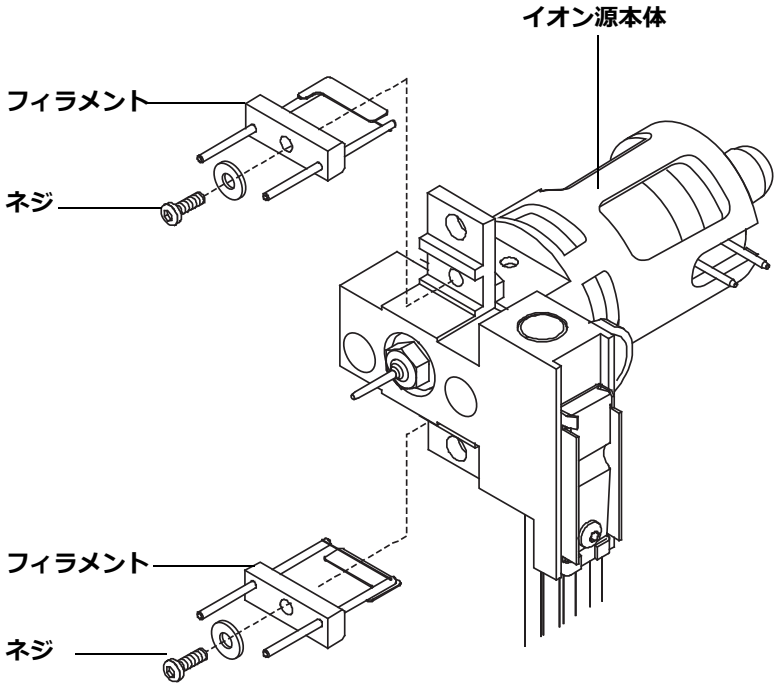


図 33　　フィラメントの交換

フィラメントを取り付ける

準備するもの

- フィラメントアセンブリ、EI（G3170-60050）
- フィラメントアセンブリ、CI（G1099-80053）
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ピンセット（8710-2460）

手順

1. 古いフィラメントを取り外します（136 ページの「フィラメントを取り外す」を参照してください）。
2. 新しいフィラメントをイオン源本体のフィラメントの位置に取り付けます（図 33 を参照してください）。
3. フィラメントをネジでイオン源本体に固定します。
4. フィラメントを再び取り付けたら、これがイオン源本体に触れていないことを確認します。
5. イオン源を再び取り付けます（121 ページの「EI イオン源を取り付ける」または 132 ページの「CI イオン源を取り付ける」を参照してください）。
6. フロントアナライザを閉じます（143 ページの「フロントアナライザを閉める」を参照してください）。
7. MS を真空排気します（63 ページの「MS を真空排気する」を参照してください）。
8. MS をオートチューニングします。

イオン源からサイドボードへの配線を取り付ける

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ラジオペンチ（8710-1094）

手順

1　フロントアナライザの内部配線を表 17 で指定されているピンに取り付けます。
配線は表 17 で説明され、図 34、図 35、図 36 に図があります。表の用語「ボード」はイオン源の隣にあるフィードスルーボードのことです。

表 17　アナライザの配線

ワイヤーの種類	配線項目	接続先コネクタ
グリーンビーズ（2）	四重極（1）ヒーター	ボード、左上（HTR）
ホワイト、組みひもカバー付き（2）	四重極（1）センサー	ボード、上（RTD）
ブラウン / ブラック	ボード、中央左	エクストラクタレンズ（高感度 EI イオン源専用）
ホワイト（2）	ボード、中央（FILAMENT-1）	フィラメント 1（上）
レッド（1）	ボード、中央左（REP）	リペラ
ブラック（2）	ボード、中央（FILAMENT-2）	フィラメント 2（下）
オレンジ（1）	ボード、右上（ION FOC）	イオンフォーカスレンズ
ブルー（1）	ボード、右上（ENT LENS）	エントランスレンズ
グリーンビーズ（2）	イオン源ヒーター	ボード、左下（HTR）
ホワイト（2）	イオン源センサー	ボード、下（RTD）
グリーン	ボード、左下	イオン源、ラジエータ
イエロー	ボード、左下	フロント四重極

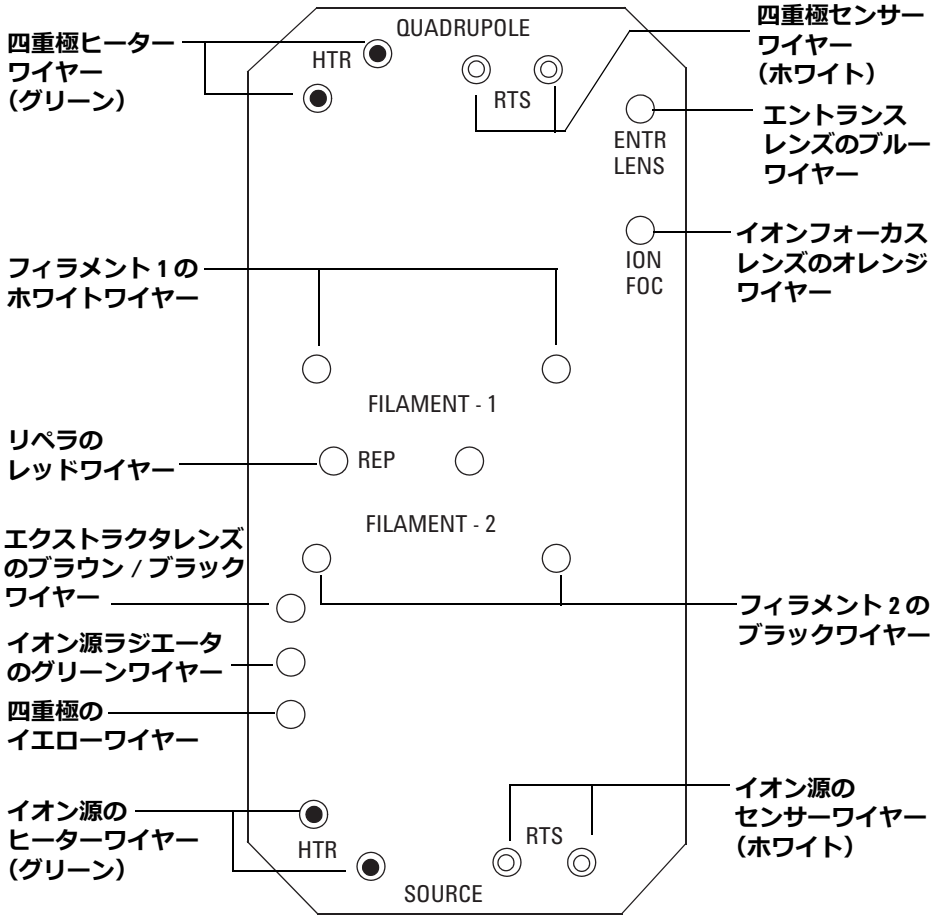


図 34 フィードスルーボード配線

FB = フィードスルーボード

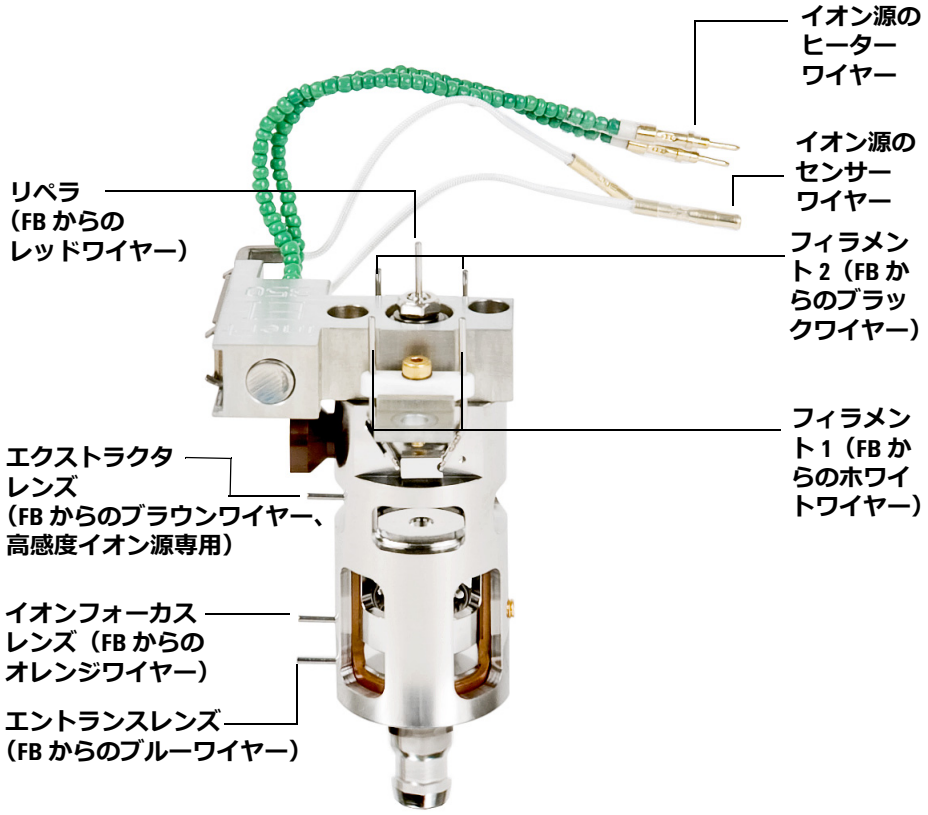


図 35　　EI イオン源の配線 - 高感度イオン源

FB = フィードスルーボード

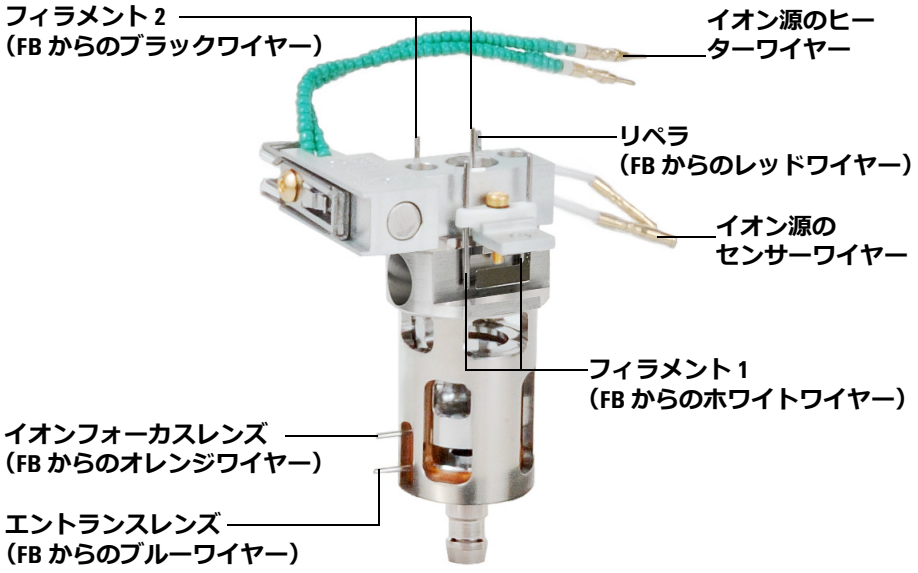


図 36 CI イオン源の配線

フロントアナライザを閉める

手順

1　サイドプレートの O- リングを確認します。

O- リングにアピエゾン L 高真空グリースが**ごく薄く**塗布されていることを確認してください。O- リングが乾燥しすぎていると十分に密封されないことがあります。O- リングが光って見える場合、グリースが多すぎます（グリースアップの方法については、『7000 シリーズ MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください）。

注意　アナライザドアを閉めるときに強く押してはいけません。強く押すと、コリジョンセルまたは四重極を損傷する場合があります。

2　フロントアナライザのサイドプレートを閉めます。

四重極の出口側にあるポストフィルタは、アナライザドアを閉じる時にコリジョンセルの位置合わせをします。ドアが閉まっている場合、四重極が再びコリジョンセルと接続されますが、その時の抵抗は最小限でなければなりません。アナライザは最小限の力で正しい位置にスライドしなければなりません。

3　リアアナライザのドアが閉まっていることを確認してください。

4　ベントバルブが閉まっていることを確認してください。

5　水素または他の引火性が高いか毒性がある物質をキャリアガスとして使用している場合、フロントアナライザのサイドプレートにあるつまみねじを手で「静かに」締めます。

6　MS を真空排気します（63 ページの「MS を真空排気する」を参照してください）。

警告　**水素（または他の危険なガス）が GC キャリアガスとして使用されている場合は、上部のつまみねじを締めなければなりません。爆発が起こる可能性はありませんが、サイドプレートが開きにくくなる場合があります。**

注意　つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となるか、真空排気ができなくなることがあります。ドライバを使わずにつまみねじを締めてください。

7　MS が真空排気をしたら、すぐにアナライザのカバーを閉め、窓カバーを交換します。

8　MS をチューニングします。

左後ろカバーを取り外してリアアナライザにアクセスする

リアアナライザのサイドプレートを開くには、後ろのカバーを取り外す必要があります。これは、EM ホーンを交換する場合に必要になります。リアアナライザにアクセスする必要がある場合は、以下の手順で後ろのカバーを取り外してください（図 37）。

準備するもの

- ドライバ、Torx T-15（8710-1622）

手順

1. 手順に従って左サイドパネルを開きます（144 ページの「左後ろカバーを取り外してリアアナライザにアクセスする」を参照してください）。
2. 上部のネジを後ろのカバーから取り外します。
3. カバーの下部フラップを溝から外して MS の後ろに持ち上げ、カバーを外します。

警告 **他のカバーは取り外さないでください。他のカバーに電圧がかかっており危険です。**

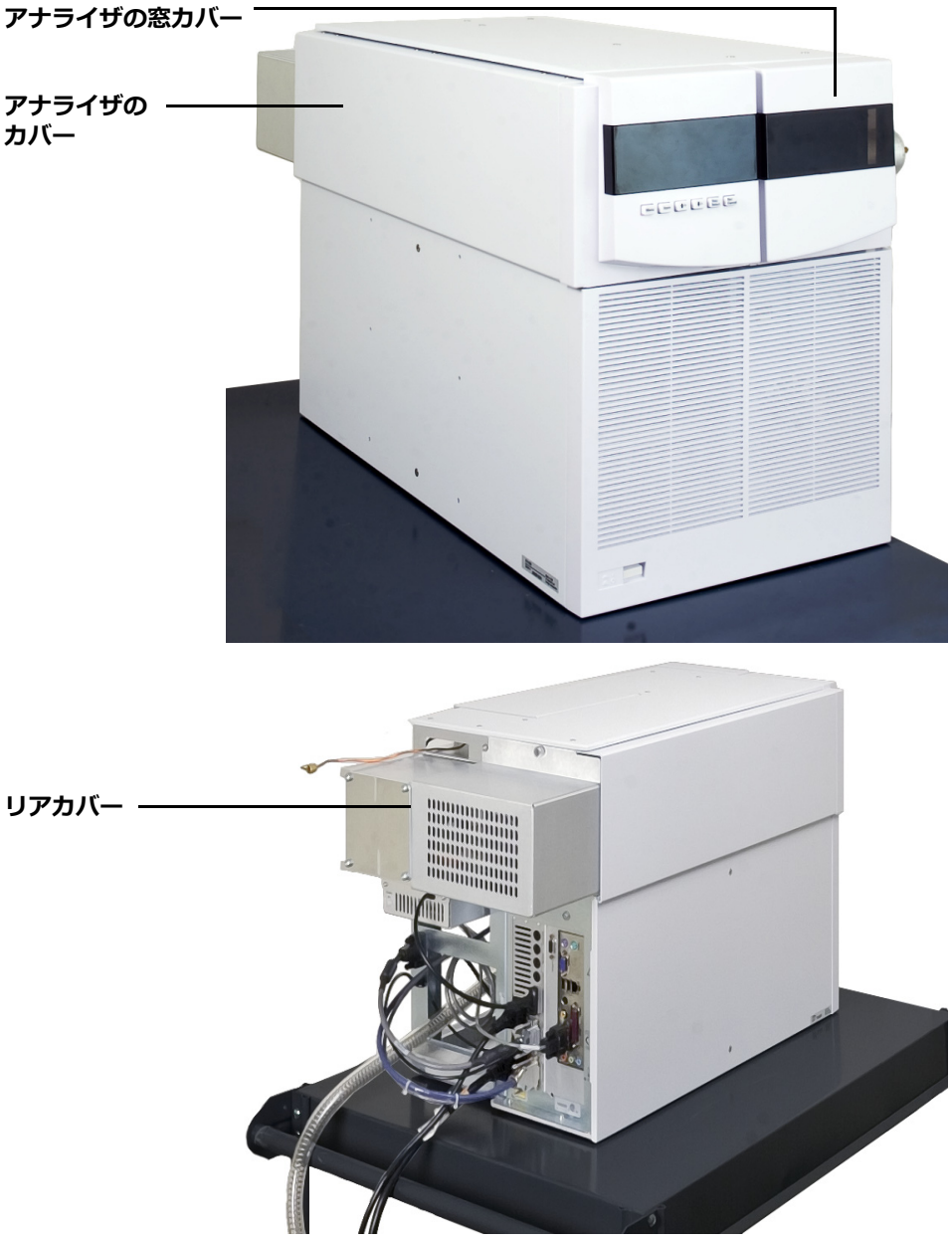


図 37　　カバーの取り外し

リアアナライザを開ける

リアアナライザは、EM ホーンを交換する場合のみ開けます。

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- リストストラップ、帯電防止
  - 小（9300-0969）
  - 中（9300-1257）
  - 大（9300-0970）

注意 アナライザのコンポーネントへの静電気は四重極ドライバボードに伝わり、静電気に弱いコンポーネントを損傷する可能性があります。接地された帯電防止リストストラップを着用し、その他の静電防止の予防措置を取ってから（100 ページの「静電放電」を参照してください）アナライザを開けます。

手順

1 MS を大気開放します（66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）。

2 アナライザの窓カバーを取り外し、左サイドパネルを開きます。後ろのカバーを取り外します（144 ページの「左後ろカバーを取り外してリアアナライザにアクセスする」を参照してください）。

警告 **アナライザ、GC/MS インターフェース、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。**

注意 アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

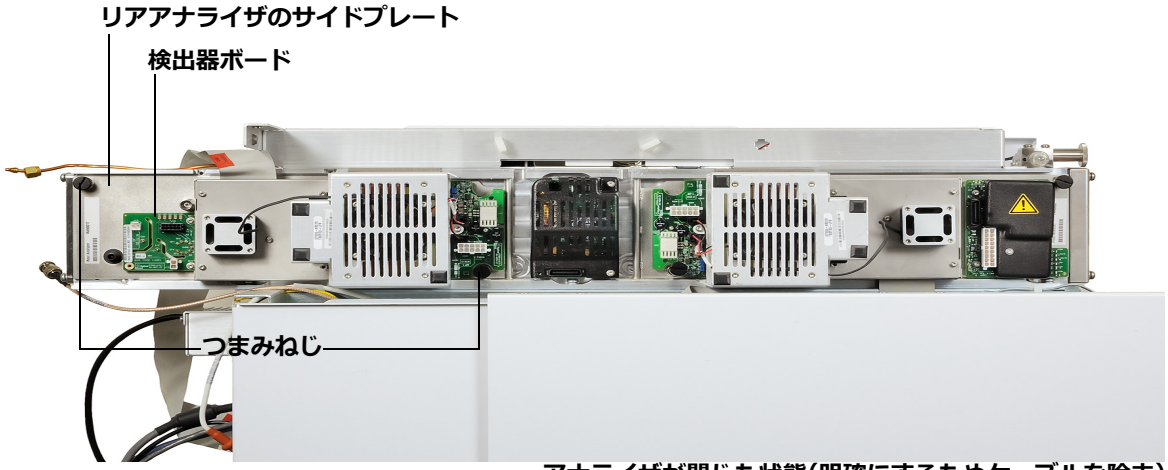
3　リアアナライザのサイドプレートのつまみねじ（図 19）がきつく締まっている場合、緩めます。

普通に使用する場合、リアアナライザのサイドプレートの下側のつまみねじは緩めておいてください。輸送の間だけ締めます。リアサイドプレートの上側のつまみねじは、水素または他の、引火性が高いか有毒な物質をキャリアガスとして使用する場合にのみ固く締める必要があります。

注意

次のステップで抵抗を感じたら、止めてください。無理やりサイドプレートを開こうとしないでください。MS が大気開放されていることを確認してください。サイドプレートの前側、後ろ側のねじが完全に緩んでいることを確認してください。

4　静かにサイドプレートを外します。


リアアナライザのサイドプレート
検出器ボード
つまみねじ
アナライザが閉じた状態（明確にするためケーブルを除去）

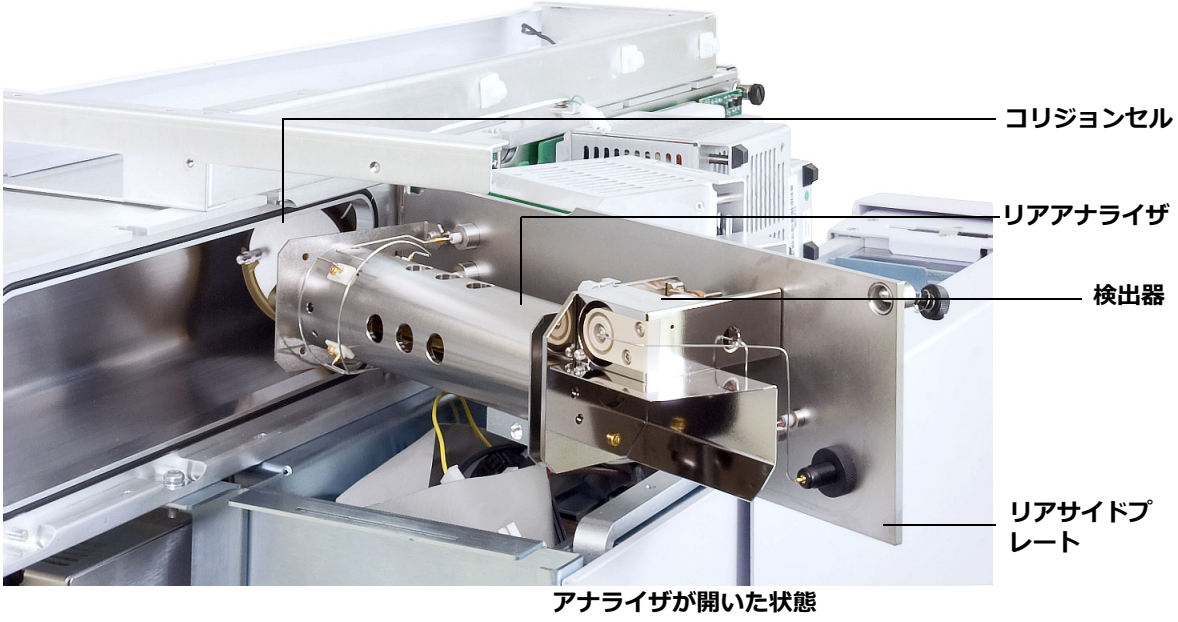

コリジョンセル
リアアナライザ
検出器
リアサイドプレート
アナライザが開いた状態

図 38 リアアナライザ

EM ホーンを交換する

準備するもの

- EM ホーン（61370-80103）
- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）
- ラジオペンチ（8710-1094）

手順

1 MS を大気開放します（66 ページの「MS を大気開放する」を参照してください）。

警告

アナライザ、GC/MS インターフェース、およびアナライザの他のコンポーネントは非常に高温で動作します。冷却したことを確認するまでどの部分にも触れないでください。

注意

アナライザ部分で作業を行うときは汚染を避けるために清潔な手袋を常に着用してください。

2 リアアナライザを開きます （146 ページの「リアアナライザを開ける」を参照してください）。

3 保持クリップを開きます（図 39）。クリップのアームを持ち上げ、EM ホーンからクリップを取り外します。

4 レッドシグナルワイヤーを、サイドプレートのコネクタからスライドさせます。

5 EM ホーンを取り外します。

6 レッドシグナルワイヤーの端を下にして新しいホルンを持ち、レッドシグナルワイヤーとサイドプレートのコレクタを再接続します。

7 EM ホーンを取り付け位置までスライドさせます。

8 保持クリップを閉じます。

9 リアアナライザを閉じます （151 ページの「リアアナライザを閉じる」を参照してください）。

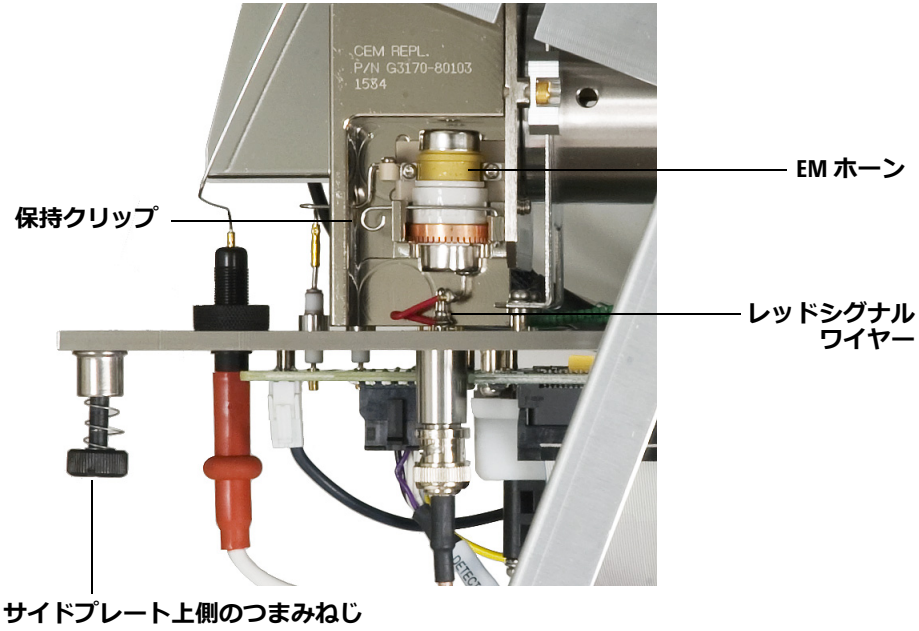


図 39 EM ホーンの交換

リアアナライザを閉じる

準備するもの

- リントフリー手袋
  - 大（8650-0030）
  - 小（8650-0029）

手順

1 サイドプレートの O- リングを確認します。

O- リングにアピエゾン L 高真空グリースがごく薄く塗布されていることを確認してください。O- リングが乾燥しすぎていると十分に密封されないことがあります。O- リングが光って見える場合、グリースが多すぎます（グリースアップの方法については、『7000 シリーズ MS トラブルシューティングおよびメンテナンスマニュアル』を参照してください）。

2 リアアナライザのサイドプレートを閉じてください。四重極の入口側にあるプレフィルタは、アナライザドアを閉じる時にコリジョンセルの位置合わせをするのに役立ちます。ドアが閉まっている場合、四重極が再びコリジョンセルと接続されますが、その時の抵抗は最小限でなければなりません。アナライザは最小限の力で正しい位置にスライドしなければなりません。

注意

アナライザドアを閉めるときに強く押してはいけません。強く押すと、コリジョンセルまたは四重極を損傷する場合があります。

3 フロントアナライザのドアが閉まっているか確認してください。

4 ベントバルブが閉まっているか確認してください。

5 MS を真空排気します（63 ページの「MS を真空排気する」を参照してください）。

警告

水素（または他の危険なガス）が GC キャリアガスとして使用されている場合は、アナライザプレート上部のつまみねじをゆるく締めなければなりません。爆発が起こる可能性はありませんが、サイドプレートが開きにくくなる場合があります。

注意

次のステップでは、つまみねじを強く締めすぎないでください。空気漏れの原因となるか、真空排気ができなくなることがあります。ドライバを使わずにつまみねじを締めてください。

6 水素または他の引火性が高い物質をキャリアガスとして使用している場合、リアアナライザのサイドプレートにあるつまみねじを手で静かに締めます。

7 MS が真空排気をしたら、左アナライザのカバーを閉め、リアカバーを戻し、アナライザの窓カバーを取り付けます。

8 MS をチューニングします。

A
化学イオン化理論

化学イオン化の概要 154
ポジティブ CI 理論 156
ネガティブ CI 理論 162

化学イオン化の概要

化学イオン化 (CI) は、質量スペクトル分析で使用されるイオンを生成する技術です。CI と電子イオン化 (EI) との間には大きな違いがあります。ここでは、最も一般的な化学イオン化のメカニズムについて説明します。

EI では、比較的高エネルギーの電子 (70 eV) が、サンプルの分子と衝突します。この衝突により 1 次正イオンを生成します。イオン化では、特定の物質の分子が予測可能なパターンで分解します。EI は直接的なイオン化法で、エネルギーの衝突により電子からサンプルの分子に移動します。

CI では、サンプルとキャリアガスのほかに、大量の試薬ガスがイオン化室に取り込まれます。サンプルよりもずっと多量の試薬ガスがあるため、放射された電子の大半は、試薬ガスの分子と衝突し、試薬イオンを生成します。生成された試薬ガスイオンは、平衡状態に達するまで 1 次、2 次の反応の段階で相互に反応しあいます。また試薬ガスイオンはサンプルの分子とさまざまな方法で反応して、サンプル由来のイオンを生成します。PCI イオンの生成のエネルギーはずっと小さく、電子イオン化よりゆるやかで、フラグメンテーションは少なくなります。CI のフラグメンテーションがずっと少ないため、CI のスペクトルには多量の分子イオン情報が示されます。こうしたことから、CI はサンプル化合物の分子量を測定するのによく使用されます。

メタンは最も一般的な CI の試薬ガスです。これは、特徴的なイオン化のパターンをもたらします。他の試薬ガスは、異なったパターンを持ち、サンプルによっては高い感度が得られる場合があります。一般的な他の試薬ガスとしては、イソブタンとアンモニアがあります。二酸化炭素は、ネガティブ CI で使用される場合があります。あまり一般的でない試薬ガスとしては、二酸化炭素、水素、フレオン、トリメチルシラン、一酸化窒素、およびメチルアミンがあります。それぞれの試薬ガスでは、異なるイオン化の反応が起こります。

警告　**アンモニアは毒性および腐食性があります。アンモニアを使用するときは、特別なメンテナンスと安全上の注意が必要です。**

試薬ガスに水が混入したりシステムに残存すると、CI の感度は大きく損なわれます。ポジティブ CI において、m/z 19 (H_3O^+) のピークが大きい場合、水が混入している、という診断に使用できます。特にキャリブラントのような濃度の濃いものを結合した場合に、水はイオン源に悪影響を与えます。新たに試薬ガ

スの配管をした場合、あるいは試薬ガスのボンベを交換した場合に水が混入することがあります。この水の混入は、試薬ガスで配管をパージすることにより改善されます。

化学イオン化の参考資料

Chemical Ionization Mass Spectrometry, 2nd Edition、A. G. Harrison 著、CRC Press, INC., Boca Raton, FL (1992)、ISBN 0-8493-4254-6

"High Pressure Electron Capture Mass Spectrometry" AW. B. Knighton、L. J. Sears、E. P. Grimsrud 共著、*Mass Spectrometry Reviews* (1996)、**14**、327-343

Electron Capture Negative Ion Mass Spectra of Environmental Contaminants and Related Compounds、E. A. Stemmler、R. A. Hites 共著、VCH Publishers, New York, NY (1988)、ISBN 0-89573-708-6

ポジティブ CI 理論

ポジティブ CI (PCI) は EI と同じ極性の電圧を使用します。PCI の場合、試薬ガスはまずフィラメントから放出される電子が試薬ガスに衝突することで、試薬ガス由来の 1 次イオンが生成し、このイオンが試薬ガス分子とイオン分子反応を起こして、最終的な反応イオンを生成します。この反応イオンが、サンプルの分子（プロトンを提供する）と化学的に反応して、サンプル由来のイオンを生成します。PCI イオンの生成は、電子イオン化よりゆるやかで、フラグメンテーションは少なくなります。この反応は通常、多量の分子イオンを生じるため、サンプルの分子量を測定するのに使用されます。

メタンは最も一般的な試薬ガスです。メタン PCI は、ほとんどのサンプル分子を含むイオンを生成します。イソブタンやアンモニアなどの他の試薬ガスを使うと、イオン化はより選択的となり、フラグメントも少なくなります。イオン化効率が相対的に低いため、高選択性はあることが多いが、特に高感度の検出はできないことが多いです。

イオン源圧力の範囲 0.8 から 2.0 Torr での、正の化学イオン化では、以下のような 4 つの基本的なイオン化プロセスがあります。

- プロトン移動反応
- ヒドリド引き抜き反応
- 付加反応
- 電荷交換

使用される試薬ガスにより、 1 つあるいは複数のイオン化プロセスから得られるスペクトルを反応したプロセスの説明に使用します。

ステアリン酸メチルの EI、メタン PCI、およびアンモニア PCI スペクトルを図 40 に示します。PCI のイオン化の特徴は、フラグメンテーションパターンがシンプルで、$[MH]^+$ のイオンが高く、メタンを試薬ガスに使用した場合、2 種類のイオンが付加されます。

システム中、特に PFDTD キャリブラントの中に、空気または水が存在すると、すぐにイオン源が汚染されます。

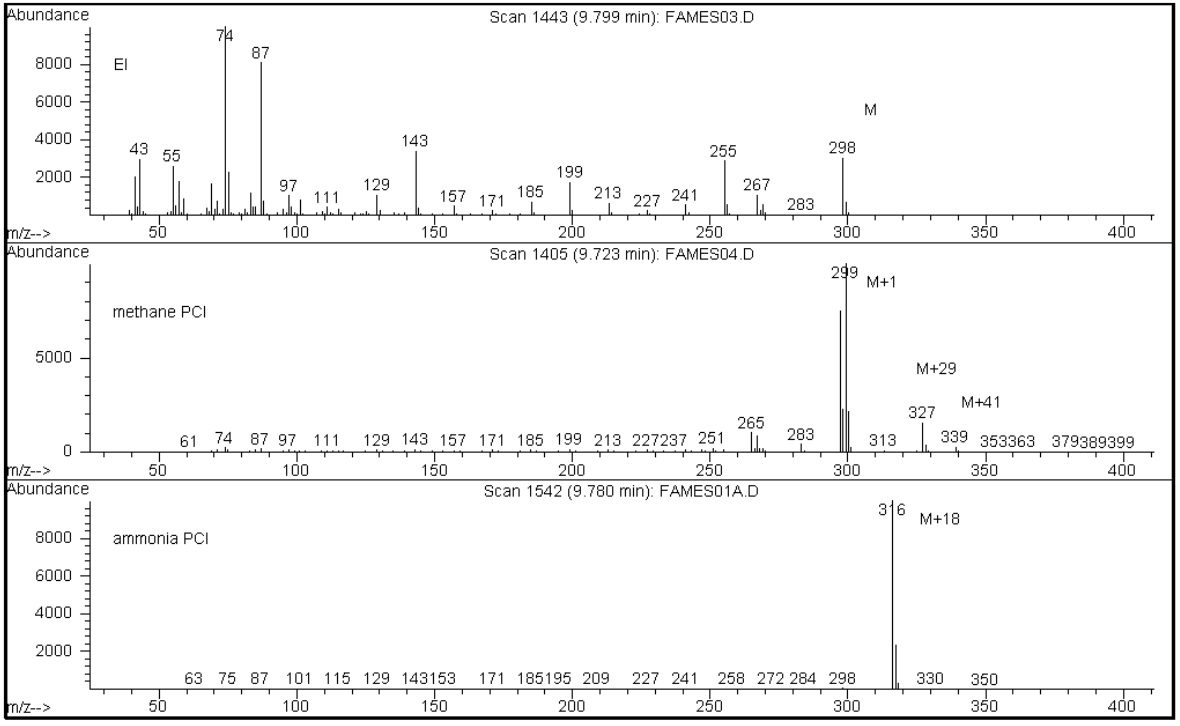


図 40　ステアリン酸メチル (MW = 298):EI、メタン PCI、およびアンモニア PCI

プロトン移動反応

プロトンの移動は次のように示されます。

$$BH^+ + M \rightarrow MH^+ + B$$

ここでは、反応イオン生成の際、プロトンが付加されています。検体（サンプル）M のプロトン親和力が、試薬ガスより大きい場合、プロトン化した試薬ガスは検体にそのプロトンを移動させ、正に帯電した検体イオンを生成します。

最も頻繁に使用される例は、CH_5^+ から検体分子へのプロトン移動で、これによりプロトン化した分子 MH^+ が生成されます。

試薬ガスと検体のプロトン親和力の差が、プロトン移動反応を左右します。検体が試薬ガスよりプロトン親和力が大きい場合、プロトンの移動が起こります。メタン (CH_4) は、そのプロトン親和力が非常に低いため (イオン化能力が高いため)、最も一般的な試薬ガスです。

プロトン親和力は、以下の反応で定義されます。

$$B + H^+ \rightarrow BH^+$$

ここでは、プロトン親和力は kcal/mole で表します。メタンのプロトン親和力は 127 kcal/mole です。表 18 と 19 に、試薬ガスとの有機化合物のプロトン親和力を示します。

プロトン移動反応によってできる質量スペクトルは、いくつかの規則に従っています。プロトン親和力の差が（メタンのように）大きい場合、過剰エネルギーがプロトン化した分子イオンの中に残るため、次々とフラグメンテーションを起こします。これにより、次々と開裂が起こります。このため、プロトン親和力が 195 kcal/mole のイソブタンは、サンプルの種類によってはメタンより優れた結果が得られます。プロトン親和力が 207 kcal/mole のアンモニアが、多くの検体をイオン化するということはありません。プロトン移動反応でのイオン化は、通常「ソフトな」イオン化であると考えられていますが、そのソフトさは検体と試薬ガス両方のプロトン親和力の差に依存します。また、イオン源温度などの他のファクターにも影響されます。

表 18　試薬ガスのプロトン親和力

種類	プロトン親和力 kcal/mole	主な反応イオン
H_2	100	H_3^+ (*m/z* 3)
CH_4	127	CH_5^+ (*m/z* 17)
C_2H_4	160	$C_2H_5^+$ (*m/z* 29)
H_2O	165	H_3O^+ (*m/z* 19)
H_2S	170	H_3S^+ (*m/z* 35)
CH_3OH	182	$CH_3OH_2^+$ (*m/z* 33)
t-C_4H_{10}	195	t-$C_4H_9^+$ (*m/z* 57)
NH_3	207	NH_4^+ (*m/z* 18)

表 19　代表的な有機化合物のプロトン親和力

分子	プロトン親和力 (kcal/mole)	分子	プロトン親和力 (kcal/mole)
アセトアルデヒド	185	メチルアミン	211
酢酸	188	塩化メチル	165
アセトン	202	シアン化メチル	186
ベンゼン	178	硫化メチル	185
2- ブタノール	197	メチルシクロプロパン	180
シクロプロパン	179	ニトロエタン	185
ジメチルエーテル	190	ニトロメタン	180
エタン	121	n- プロピルアセテート	207
蟻酸エチル	198	プロピレン	179
蟻酸	175	トルエン	187
臭化水素酸	140	トランス -2- ブテン	180
塩酸	141	トリフルオロ酢酸	167

表 19 代表的な有機化合物のプロトン親和力 (続き)

分子	プロトン親和力 (kcal/mole)	分子	プロトン親和力 (kcal/mole)
イソプロピルアルコール	190	キシレン	187
メタノール	182		

ヒドリド引き抜き反応

試薬ガスからイオンを生成するときに、各種の反応イオンが生成され、それらは高いヒドリド (H^-) 親和力を持っています。反応イオンのヒドリド親和力が、検体の分子から H^- が引き抜かれることによって生成するイオンのヒドリド親和力より高い場合、熱力学的にこの化学イオン化が起きやすくなります。例として、メタンの化学イオン化におけるアルカン分子からのヒドリド引き抜きなどがあります。メタン CI の場合、CH_5^+ と $C_2H_5^+$ の両方が、ヒドリドを引き抜く能力があります。これらは、大きなヒドリド親和力をもち、一般的な反応としては、長鎖アルカン分子が H^- を失うというものが挙げられます。

$$R^+ + M \rightarrow [M\text{-}H]^+ + RH$$

メタンの場合、R^+ は CH_5^+ と $C_2H_5^+$ であり、M は長鎖アルカン分子です。CH_5^+ の場合、この反応は $[M\text{-}H]^+ + CH_4 + H_2$ を生成します。ヒドリド引き抜きによるスペクトルは、M-1 の m/z にピークを示しますが、これは H^- の引き抜きによる結果です。. この反応は発熱反応ですので、$[M\text{-}H]^+$ イオンのフラグメンテーションもよく観察されます。

しばしば、ヒドリド引き抜きとプロトン移動の両方のイオン化の結果が、サンプルのスペクトルに見られます。ひとつの例として、長鎖メチルエステルの CI スペクトルがありますが、ここで炭化水素の鎖からのヒドリド引き抜き、およびエステル要素へのプロトン移動が起こります。例えばステアリン酸メチルのメタン PCI スペクトルの場合、MH^+ のピークの m/z 299 は、プロトンの移動によって起こり、$[M\text{-}1]^+$ のピークの m/z 297 はヒドリド引き抜きによって起こります。

付加反応

多くの検体にとって、プロトンの移動およびヒドリド引き抜きによる化学イオン化反応は必ずしも熱力学的に有利ではありません。そのような場合、試薬ガス反応イオンは、付加反応により検体分子と結合します。結果としてできるイオンは付加イオンと呼ばれます。メタン試薬ガスでは、付加イオンは、$[M+C_2H_5]^+$ と $[M+C_3H_5]^+$ として出現しますが、これは M+29 と M+41 *m/z* の質量スペクトルピークを示します。

付加反応は特にアンモニア CI で重要です。NH_3 は高いプロトン親和力を持っており、ほとんどの有機化合物はアンモニア試薬ガスではプロトン移動反応を起こしません。アンモニア CI では、反応イオンとして、NH_4^+、$[NH_4NH_3]^+$ と $[NH_4(NH_3)_2]^+$ を生成します。特に、アンモニアイオン NH_4^+ は、M+18 の *m/z* で見られる、強度の大きい $[M+NH_4]^+$ イオンを生成することがあります。この結果できるイオンが不安定な場合、続いてフラグメンテーションが見られます。目立たない H_2O または NH_3 の脱離は一般的なことで、18 または 17 *m/z* の減少として観察できます。

電荷交換

電荷交換によるイオン化は次のような反応によって説明できます。

$$X^{+\bullet} + M \rightarrow M^{+\bullet} + X$$

ここで、X^+ は一般に試薬ガスの分子イオンであり、M は対象となる検体です。電荷交換によるイオン化のために使われる試薬ガスの例としては、不活性ガス (ヘリウム、ネオン、アルゴン、クリプトン、キセノン、およびラドン) 、窒素、一酸化炭素、水素、および検体と化学的に反応しない他のガスがあります。これらの試薬ガスはそれぞれ、イオン化されると、次のように表現されるエネルギーの再結合を行います。

$$X^{+\bullet} + e^- \rightarrow X$$

これは、簡単にいう電子とイオン化した試薬の再結合であり、中性のものを生成するということです。このエネルギーが、検体から電子を取り去るために必要なエネルギーより大きい場合、上記の最初の反応は発熱性であり熱力学的に促進されます。

電荷交換による化学イオン化は、一般的な分析用途に広く使われることはありません。しかしながら、他の化学イオン化プロセスが熱力学的に有利ではない場合に使われることがあります。

ネガティブ CI 理論

ネガティブの化学イオン化 (NCI) は、アナライザの電圧極性を反対にして、負イオンを検出します。NCI にはいくつかのイオン化のメカニズムがあります。すべての NCI に関係するメカニズムが感度を飛躍的に向上させるわけではありません。4 つの最も一般的なメカニズム (反応) は以下のものです。

- 電子捕獲
- 解離性電子捕獲
- イオン対生成
- イオン－分子反応

イオン－分子反応を除くすべての場合に、試薬ガスは PCI のときとは異なった役割を示します。NCI の場合、試薬ガスはバッファーガスと呼ばれます。試薬ガスがフィラメントからの高エネルギー電子と衝突する場合、次の反応がおこります。

$$\text{試薬ガス} + e^-_{(230eV)} \rightarrow \text{試薬イオン} + e^-_{(\text{熱電子})}$$

試薬ガスがメタン (図 41) の場合、反応は以下のようになります。

$$CH_4 + e^-_{(230eV)} \rightarrow CH_4^+ + 2e^-_{(\text{熱電子})}$$

熱電子は、フィラメントからの電子よりエネルギーレベルが低くなっています。これが、サンプルの分子と反応する熱電子です。

負の試薬ガス由来の反応イオンは生成されません。これにより、PCI モードで見られような、NCI の検出限度を低下させる原因となるバックグラウンドを防ぎます。NCI での生成物は、MS が負イオンモードで動作している場合でのみ検出されます。この動作モードは、すべてのアナライザの電圧の極性を反対にします。

二酸化炭素は、NCI におけるバッファーガスとして良く使用されます。これは、明らかに、他のガスよりもコスト、手に入れやすさ、そして安全性で利点があります。

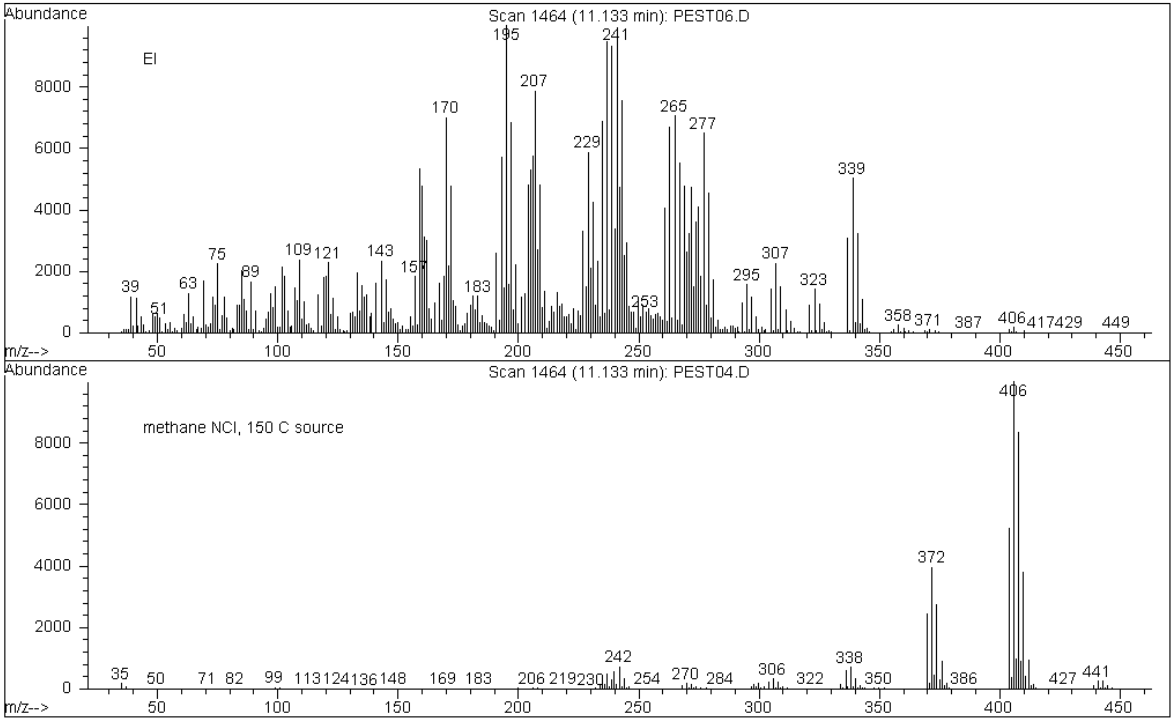


図 41　　エンドスルファン (MW = 404):EI とメタン NCI

電子捕獲

電子捕獲は NCI における主要なメカニズムです。電子捕獲 (非解離共鳴電子捕獲とも言われます) は、NCI の特徴である高感度をもたらします。理想的な条件下でのサンプルでは、電子捕獲はポジティブイオン化より、10 から 1000 倍の高感度が得られます。

PCI で起こる全ての反応は、同様に、NCI でも起こります。これは通常汚染物質により起こり、イオン源のレンズ電圧が逆転しているので、生成した正のイオンはイオン源に滞ります。それらのイオンは、電子捕獲反応を打ち消してしまいます。

電子捕獲反応は次のように説明されます。

$$MX + e^{-}_{(\text{熱電子})} \rightarrow MX^{-\bullet}$$

ここで MX はサンプルの分子であり、ここでの電子は、高エネルギー電子と試薬ガスの間の相互作用によりした低速の熱電子です。

場合によっては $MX^{-\bullet}$ ラジカルアニオンは安定しません。この場合、逆の反応が起こることがあります。

$$MX^{-\bullet} \rightarrow MX + e^{-}$$

自動脱離と呼ばれる逆の反応が起こることがあります。こうした逆の反応は、一般的に急速に起こります。よって、衝突などの反応の中で不安定なアニオンを安定させる時間はほとんどありません。

電子捕獲は、ヘテロ原子を持つ分子にとっては、もっとも適しています。例としては、窒素、酸素、リン、硫黄、ケイ素、そして特にフッ素、塩素、臭素、ヨウ素などのハロゲンです。

酸素、水、またはほとんどすべての汚染物質の存在が、この電子捕獲反応を妨げます。汚染物質は、より遅いイオン－分子反応により、負イオンを生成します。これは通常、感度を悪くすることになります。すべての可能性のある汚染物質、特に酸素 (空気) および水分は最小にする必要があります。

解離型電子捕獲（Dissociative electron capture）

解離型電子捕獲は、解離共鳴捕獲（Dissociative resonance capture）としても知られています。これは電子捕獲に類似したプロセスです。違いは、反応の間にサンプル分子がフラグメンテーションを起こすことです。結果として一般的に、アニオンと中性のラジカルが生じます。解離型電子捕獲は次の反応式で表されます。

$$MX + e^{-}_{(\text{熱電子})} \rightarrow M^{\bullet} + X^{-}$$

この反応では、電子捕獲のような感度を得ることはできず、その場合生成する質量スペクトルは、一般的に絶対的なアバンダンスの少ないものとなります。

電子捕獲の場合のようには、解離型電子捕獲による生成物は常に安定しているというわけではありません。逆の反応が起こることがあります。この逆反応は、結合解離反応（associative detachment reaction）とも呼ばれます。逆反応の式は次のようになります。

$$M^{\bullet} + X^{?} \rightarrow MX + e^{-}$$

イオン対生成

イオン対生成は、解離型電子捕獲に表面的には似ています。イオン対生成反応は次の式によって表現されます。

$$MX + e^{-}_{(\text{熱電子})} \rightarrow M^{+} + X^{-} + e^{-}$$

解離型電子捕獲の場合のように、サンプル分子は分裂します。しかしながら、解離型電子捕獲とはちがって、電子はこの分裂により捕獲されません。かわりに、サンプルの分子は分裂して、電子は不規則に分配され、正と負のイオンが生成されます。

イオン－分子反応

イオン－分子反応が起こり、酸素、水、および他の汚染物質由来のイオンが CI イオン源の中に現れます。イオン－分子反応は、電子捕獲反応よりも 2 ～ 4 桁反応が遅くく、電子捕獲反応による場合のような高感度をもたらすことはありません。イオン－分子反応は次のような一般式で表されます。

$$M + X^- \rightarrow MX^-$$

ここで、X^- は、通常ハロゲン化物イオンまたは水酸化物イオンなどで、これはフィラメントからの電子による汚染物質のイオン化により作りだされます。イオン－分子反応は、電子捕獲反応と競合します。イオン－分子反応が多く起こると、電子捕獲反応は少なくなります。

Agilent Technologies

© Agilent Technologies, Inc.

Printed in USA, September 2009

G7000-96038